www.jadh-sfa.fr

13-18 octobre 2024 - Obernai (F)

23e Journées d'etude sur l'adhésion

Obernai

13 - 18 octobre 2024

Société Française du Vide (SFV) - Division SFA
19 rue du Renard - 75004 PARIS - sfv@vide.org
Tél. : 01 53 01 90 30 - www.vide.org

Nous remercions pour leur soutien :

BOSTIK
Adhesive solutions by ARKEMA

L'ORÉAL
RECHERCHE
& INNOVATION

MICHELIN
UNE MEILLEURE FAÇON D'AVANCER

NOVACEL
Beyond The Surface

SAFRAN

URGO RID
RESEARCH INNOVATION & DEVELOPMENT

COMITE SFA

Julien **JUMEL** *Président*	ENSTA Bretagne	Brest
Cyrille **DALLA ZUANNA** *Vice-Président*	CETIM	Saint-Etienne
Maëlenn **AUFRAY** *Secrétaire*	CIRIMAT (INP-ENSIACET)	Toulouse
Gweltaz **HIREL**	SFV	Paris
Stéphane **AUGUSTE**	URGO RECHERCHE	Chenove
Etienne **BARTHEL**	ESPCI	Paris
Stéphane **BENAYOUN**	LTDS – ECL	Ecully
Alexandre **BENEDETTO**	SAINT GOBAIN Research	Paris
Matteo **CICCOTTI**	ESPCI - PSL	Paris
Jérôme **des BUTTES**	AFICAM-FIPEC	Paris
Marion **GIRARD**	Nantes Université	Nantes
Anthony **GRUNENWALD**	SAFRAN	Moissy-Cramayel
Yves **LETERRIER**	EPFL	Lausanne (CH)
Dimitri **MERCIER**	IRCP	Paris
Eric **PAROISSIEN**	ISAE-SUPAERO	Toulouse
Julien **PORTAL**	L'OREAL	Aulnay-sous-Bois
Christophe **POULARD**	LPS – UPS	Orsay
Nassim **PUJOL**	MICHELIN	Clermont-Ferrand

© Editions SFV 2024

19 rue du Renard – 75004 Paris

Les textes de ce volume sont la propriété exclusive de la Société Française du Vide.
Toute reproduction est interdite sans son accord.
Les Editeurs déclinent toute responsabilité relativement aux erreurs ou omissions qui pourraient se produire dans l'impression de ce volume.

EDITORIAL

Le Comité SFA vous invite à nous rejoindre à l'occasion des 23e Journées d'étude sur l'adhésion (JADH) qui se tiennent dans la charmante ville d'Obernai, du 13 au 18 octobre 2024. Située, en Alsace, au pied du mont Sainte-Odile nous profiterons d'un cadre convivial pour partager nos questionnements et avancées récents dans les domaines du collage, de l'adhésion et autres sujets connexes.

En ouverture de cette semaine, deux journées de formation seront proposées à un public diversifié constitué de doctorants, de chercheurs confirmés, ou encore d'industriels de secteurs variés, qu'ils soient développeurs ou utilisateurs de solutions d'assemblage ou de préparation de surface. Ces cours aborderont de façon exhaustive les principaux concepts physiques, chimiques ou encore mécaniques nécessaires à la maîtrise des assemblages collés et à la compréhension des phénomènes d'adhésion au sens large.

Des conférenciers invités ouvriront ensuite des sessions thématiques et présenteront une synthèse de leurs travaux dans des domaines aussi variés que la fonctionnalisation et la durabilité des surfaces, le mouillage, les nouvelles synthèses ou la rupture des interfaces collées …

Les JADH ont pour ambition de réunir les acteurs nationaux, qu'ils soient industriels ou académiques pour faciliter les échanges scientifiques et fournir un cadre propice à la mise en place de collaborations. Nous espérons que cette édition répondra à nouveau à vos attentes et nous nous réjouissons de vous retrouver nombreux à Obernai.

Julien JUMEL

Président de SFA

Programme des conférences

MERCREDI 16 OCTOBRE 2024

8h20 **Ouverture -** *J. Jumel (Président de SFA, division de la SFV)*

8h40 **Quelques avancées sur le frottement de surfaces de polymère**
(Conférence invitée)
C. Gauthier
Institut Charles Sadron CNRS-UPR 22, Strasbourg (France)

9h20 Evaluations vitro de la tenue de dépôts de maquillage
J. Bonnard
L'Oréal, Aulnay Sous-Bois (France)

9h40 L'art d'utiliser un pinceau, avec ou sans peinture !
C. Poulard
Université Paris-Saclay, Orsay (France)

10h00 Michelin : L'étude des interfaces au service de la manufacture de composite
N. Pujol
Michelin, Clermont-Ferrand (France)

- pause 30' -

10h50 **Comment dimensionner un assemblage collé sur structure métallique via les approches de la mécanique de la rupture ?**
(Conférence invitée)
E. Lepretre[1], Q. Sourisseau[1], M. Deydier[2], X. Chapeleau[3], S. Paboeuf[2], S. Chataigner[1]
[1] MAST-SMC, Université Gustave Eiffel, Bouguenais (France)
[2] Marine & Offshore, Section Matériaux Composites, Bureau Veritas, Bouguenais (France)
[3] COSYS-SII, I4S, INRIA, Université Gustave Eiffel, Bouguenais (France)

11h30 Rôle de la microstructure des inter-plis sur la consolidation de composites thermoplastiques à haute performance
G. Miquelard-Garnier[1], R. Arquier[2], I. Iliopoulos[2], G. Régnier[3]
[1] Laboratoire PIMM, CNAM, Paris (France)
[2] Laboratoire PIMM, CNRS, Paris (France)
[3] Laboratoire PIMM, ENSAM, Paris (France)

11h50 Comportement statistique d'adhésifs à renfort particulaire - du matériau à l'assemblage
J. Jumel[1], I. Beriah[1], P.Y. Corbel[1], M. Diakhate[2]
[1] IRDL / ENSTA Bretagne, Brest (France)
[2] IRDL / Université Bretagne Occidentale, Brest (France)

12h10 Les collages bois-epoxy en aviation
K. Reiling[1], M. Leitwein[2]
[1] Hochschule Landshut, Université des Sciences Appliquées, Landshut (Allemagne)
[2] KRP Mechatec GmbH, Garching (Allemagne)

12h30 ***Déjeuner***

MERCREDI 16 OCTOBRE 2024 *(suite)*

14h00 **La fonctionnalisation de surface assistée par plasma pour contrôler l'adhésion**
(Conférence invitée)
F. Bally-Le Gall
IS2M, CNRS/UHA, Mulhouse (France)

14h40 Fabrication de surfaces à fort contraste d'hydrophilie par collage direct pour l'assemblage des composants électroniques
P. Montméat, E. Bourgeot, T. Enot, A. Thiolon, M. Vacon, F. Fournel
CEA Leti, Grenoble (France)

15h00 Collage direct de surfaces de polymères : effet d'un traitement hydrophile
M. Dautriat, P. Montméat, F. Fournel
CEA Leti, Grenoble (France)

15h20 Optimisation des procédés plasmas de traitement de surface et de dépôt chimique en phase vapeur pour l'adhésion directe entre polymère et métal
D. Bensalem, M. Buske
Plasmatreat Gmbh, Steinhagen (Allemagne)

- pause 30' -

16h10 Adhésifs structuraux résistant à l'impact méthacrylate de méthyle
F. Facon
Le Thillay (France)

16h30 Promotion d'adhésion de peinture polyuréthane sur l'aluminium par traitement par plasma atmosphérique
J. Berckmans[1], C. Tubier[1], V. Cristaudo[2], R. Revilla Castillo[2], C. Poleunis[3], H. Terryn[2], A. Delcorte[3], F. Reniers[1]
[1] CHEMSIN, Faculty of Sciences, Université Libre de Bruxelles - Bruxelles (Belgique)
[2] SURF, Department of Materials and Chemistry, Vrije Universiteit Brussel - Bruxelles (Belgique)
[3] PCPM, Université Catholique de Louvain - Louvain-La-Neuve (Belgique)

16h50 Adhésion par polymérisation et réticulation interfaciales : nouveau concept d'assemblage basé sur les réactions de Michael
F. Ponzio[1], M. Brogly[1], J.F. Stumbe[1], F. Cavodeau[1], R. Perrin[2], C. Robach[2], J. Breuils[2], A. Rannée[2], B. Clément[2], A. Sarbu[2]
[1] UHA-LPIM, Mulhouse (France)
[2] Soprema, Strasbourg (France)

17h10 Rupture, fronts et dissipation en matière molle - deux cas simples
E. Barthel[1], P.Y. Corbel[2], P. Fourton[3], P. Elzière[4], M. Ciccotti[1]
[1] SIMM CNRS / ESPCI / SU, Paris (France)
[2] Institut de Recherche Dupuy de Lôme, CNRS ENSTA Bretagne, Paris (France)
[3] Saint-Gobain Recherche Paris, Aubervilliers (France)
[4] Saint-Gobain Recherche Compiègne, Compiègne (France)

17h30 Rupture d'interface fil élastomère, effet du mode de chargement et effet matériau
J. Jumel, P.Y. Corbel
IRDL / ENSTA Bretagne, Brest (France)

MERCREDI 16 OCTOBRE 2024 *(suite)*

18h00 **Présentation flash exposants**

DataPhysics Instruments GmbH
V. Schloupt – www.dataphysics-instruments.com

18h30 **Session Posters + Cocktail**
(Voir programme affiches)

20h ***Dîner***

JEUDI 17 OCTOBRE 2024

8h20 **Influence de l'adhésion sur le glissement des liquides**
(Conférence invitée) ***Prix Dédale***
F. Restagno
Université Paris Saclay, CNRS, Laboratoire de Physique des Solides, Orsay (France)

9h00 Comment utiliser les mesures de l'énergie de surface dans les processus de production et de contrôle qualité ?
V. Schloupt[1], S. Schaubach[2]
[1] Dataphysics Instruments, Metz (France)
[2] Dataphysics Instruments, Filderstadt (Allemagne)

9h20 Procédés de traitement de surface par voie sèche sur composites carbone-époxy avant collage
F. Crestey[1], S. Kirchner[1], J. Lecomte[1], L. Ferres[1], A. Fernandez[2], T. Balutch[3], C. Debras[4], M. Péron[5], N. Cuvillier[6]
[1] IRT Saint Exupéry, Talence (France)
[2] Airbus Operations, Getafe (Espagne)
[3] Naval Group, Bouguenais (France)
[4] Thalès Alenia Space, Cannes (France)
[5] Arianegroup, Le Haillan (France)
[6] Safran Composites, Itteville (France)

9h40 Réduction de la trainée hydrodynamique par texturation de surface
O. Zahhaf
Michelin, Clermont-Ferrand (France)

- pause 30' -

10h30 **ResiCare : développement d'une technologie phénolique sans formaldéhyde**
(Conférence invitée)
D. Doisneau
ResiCare, Michelin Engineered Polymers, Clermont-Ferrand (France)

11h10 Protein fibrillation and surface adhesion: insights from barnacle-inspired adhesive proteins
Z. Khalil[1], C. Picot[2], M. Weidenhaupt[1], F. Bruckert[1], O. Gallet[2], R. Angiel[2], C. Vendrely[1]
[1] Grenoble-INP Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes, LMGP, Grenoble (France)
[2] Cy Cergy Paris University, ERRMECE, I-Mat (FD4122), Neuville Sur Oise (France)

11h30 Polyelectrolyte association of natural polymers and nanoparticles for hybrid adhesive hydrogels
E-R. Dodé, A. Montembault, G. Sudre
Université Claude Bernard Lyon 1, UMR 5223, CNRS, INSA Lyon, Université Jean Monnet, Ingénierie des Matériaux Polymères, Villeurbanne (France)

11h50 La chimie de surface peut-elle contrôler l'adhérence et l'étalement de cellules ostéoblastes ?
A. Ponche, T. Petithory, H. Salapare III, L. Pieuchot, K. Anselme
Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M), Mulhouse (France)

12h10 ***Déjeuner***

JEUDI 17 OCTOBRE 2024 *(suite)*

13h40 **Le rôle des surfaces dans la durabilité des matériaux métalliques et l'apport de la caractérisation chimique et structurale du nano au macro, couplée à la modélisation**
(Conférence invitée)
P. Marcus
IRCP / Chimie ParisTech, Paris (France)

14h20 New insights and innovative technologies for metal surface treatment for aluminum-to-aluminum adhesive bonding
J. Layec[1], M.P. Labeau[1], P. Moreau[1], F. Ansart[2], S. Duluard[2], V. Turq[2], M. Aufray[2]
[1] Syensqo, Aubervilliers (France)
[2] CIRIMAT, Toulouse (France)

14h40 Démontabilité d'assemblages collés par application d'un courant électrique
C. Faure[1], S. Kirchner[1], J. Lecomte[1], L. Ferres[1], B. Doll[2], A. Fraysse[3], S. Couarraze[4]
[1] IRT Saint Exupéry, Talence (France)
[2] Thalès Alenia Space, Cannes (France)
[3] Actia Automotive, Toulouse (France)
[4] Continental, Toulouse (France)

15h00 Fin des sessions orales

15h15 **Programme social**

Suivi du dîner de convivialité,
avec la remise des Prix « Dédale » et « Icare »

VENDREDI 18 OCTOBRE 2024

8h20 **Propagation sous critique de fissure dans un polymère vitreux : stick-slip vs propagation continue**
(Conférence invitée)
M. George
L2C, Univ. Montpellier (France)

9h00 Bridging chemistry, physics and mechanics: understanding how blades damage chemical bonds in soft materials
D. Zhao, A. Cartier, T. Narita, M. Ciccotti, C. Creton
SIMM, ESPCI Paris, PSL University, Paris (France)

9h20 Discussion sur les modes de diffusion d'eau dans les assemblages collés
M. Girard[1], A. Clement[1], B. Ndiaye[1], R. Grangeat[2], F. Jacquemin[1]
[1] Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GEM UMR 6183, Saint-Nazaire (France)
[2] CESI LINEACT, Saint-Nazaire (France)

9h40 Mechanics in shear of Pressure Sensitive Adhesives (PSAs) using vitrimer chemistry
V. Aguilar, C. Creton, M. Ciccotti
SIMM, ESPCI Paris, PSL University, Paris (France)

- pause 30' -

10h30 **La valeur ajoutée des colles et des adhésifs dans le développement durable**
(Conférence invitée)
P. Pfihl
FIPEC, Paris (France)

11h10 Debonding Mechanisms of PSA Foam Tapes
M. Ciccotti[1], A. Flaury[1], B. Bresson[1], E. Barthel[1], C. Creton[1], C.Y. Hui[2], E. Desnoux[3]
[1] ESPCI Paris PSL - Paris (France)
[2] Cornell University - Ithaca (USA)
[3] Renault - Guyancourt (France)

11h30 Adhésifs sensibles à la pression ignifuges
V. Leon, C. Fröhling, S. Theisen, R. Schuldais
Lohmann GmbH & Co. Kg, Neuwied (Allemagne)

11h50 Etude du décollement d'une fibrille microscopique de polymère viscoélastique
S. Berland[1], P.P. Cortet[2], P. Roger[3], H. Salmi[3], C. Poulard[4]
[1] LPS, FAST, ICMMO, CNRS & Université Paris-Saclay, Orsay (France)
[2] FAST, CNRS & Université Paris-Saclay, Orsay (France)
[3] ICMMO, CNRS & Université Paris-Saclay, Orsay (France)
[4] LPS, CNRS & Université Paris-Saclay, Orsay (France)

12h10 **Clôture des Journées**

Session d'affiches

MERCREDI 16 OCTOBRE 2024

1. Collage structural - Assemblages - Multimatériaux

 # 14 Amélioration de l'adhésion pour les assemblages multi-matériaux via le dépôt de précurseur par procédé plasma à pression atmosphérique
C. Faure[1], S. Kirchner[1], J. Lecomte[1], L. Ferres[1], C. Debras[2], M. Péron[3], N. Cuvillier[4], T. Balutch[5]
[1] IRT Saint Exupéry - Talence (France)
[2] Thalès Alenia Space - Cannes (France)
[3] Arianegroup - Le Haillan (France)
[4] Safran Composites - Itteville (France)
[5] Navalgroup - Bouguenais (France)

 # 17 Study of the surface functionalization of composite substrates by plasma polymerization to produce composite-elastomer assemblies
M. Ezzehar, C. Esteve, A. Airoudj, G. Schrodj, V. Roucoules, F. Bally-Le Gall
IS2M, UMR 7361 CNRS, Université de Haute-Alsace, Mulhouse (France)

 # 23 Propriétés physico-chimiques d'adhésifs à base d'époxy pour les composites
M. Araujo Da Silva
Michelin, Clermont-Ferrand (France)

 # 37 Durabilité des interfaces collés - fatigue et fissuration sous critique approche steady state
J. Jumel
IRDL / ENSTA Bretagne (France)

 # 46 Durabilité en milieu aqueux d'un substrat d'aluminium anodisé et colmaté revêtu d'un système organique industriel
M. Blanc[1], M. Aufray[2], J.C. Dupin[3]
[1] IRT-M2P / CIRIMAT / IPREM (France)
[2] CIRIMAT Toulouse (France)
[3] IPREM – Pau (France)

 # 47 Interphase polymère-métal dans les systèmes collés pour applications en aéronautique
A. Dubernard, C. Drouet, M. Aufray
CIRIMAT - Toulouse (France)

2. Surfaces

 # 10 Influence de la texturation laser sur la chimie de surface et la microstructure d'alliages métalliques : conséquences sur les performances en cisaillement du collage structural
S. Blancher[1, 2, 3], M. Pontoreau[2], L. Heraud[3], S. Kirchner[4], L. Ferres[4], N. Saintier[3], C. Aymonier[2]
[1] ICMCB, Pessac (France)
[2] I2M - Talence (France)
[3] IRT Saint Exupéry, Talence (France)

#51 Caractéristiques de mouillage du papillon Morpho peleides et comportement anti-givre
L. Burdin[1], A.C. Brulez[2], R. Mazurcyk[3], J.L. Leclercq[3], S. Benayoun[1]
[1] LTDS - Ecully (France)
[2] ITECH - Ecully (France)
[3] INL - Ecully (France)

#53 From blender to wetting experiments: investigating liquid-surface interactions on micrometer-scale textures fabricated with maskless grayscale photolithography
M. Bendimerad[1], F. Borghi[2], M.L. Chapon[1], L. Pieuchot[1], L. Vonna[1]
[1] IS2M (CNRS) - Université de Haute-Alsace - Mulhouse (France)
[2] Instituto de Fisica, Univ. Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro (Brésil)

3. Adhésion de matériaux mous

 # 39 Comportement mécanique des mastics et assemblages
J. Jumel[1], H. Gzara[1], G. Bles[1], M. Diakhate[2]
[1] IRDL / ENSTA Bretagne, Brest (France)
[2] IRDL / UBO, Brest (France)

5. Aspects fondamentaux de l'adhésion / Aspects industriels / Aspects prospectifs

 # 45 Complémentarité de la microscopie à force atomique et de la nanoindentation pour l'exploration des caractéristiques mécaniques aux échelles fines de textiles de lin archéologiques
C. Goudenhooft[1,4], S. Durand[2], C. Caër[1], A. Melelli[3], A. Magueresse[4], O. Arnould[5], E. Balnois[6], A. Quiles[7,8], D.U. Shah[9], J. Beaugrand[2], A. Bourmaud[4]
[1] ENSTA Bretagne, UMR CNRS 6027, IRDL, Brest (France)
[2] INRAE, UR1268 BIA (Biopolymères Interactions Assemblages), Nantes (France)
[3] Synchrotron Soleil, Disco Beamline, Gif-Sur-Yvette (France)
[4] Université de Bretagne Sud, UMR CNRS 6027, IRDL, Lorient (France)
[5] LMGC, Université de Montpellier, CNRS, Montpellier (France)
[6] LBCM, EMR CNRS 6076, Université de Brest, Quimper (France)
[7] Institut Français d'Archéologie Orientale du Caire, Le Caire (Égypte)
[8] LMC14, CEA Saclay, Gif Sur Yvette (France)
[9] Centre for Natural Material Innovation, Dpt. of Architecture, Univ. Cambridge (Royaume-Uni)

SESSIONS CONFÉRENCES

Conférence invitée

QUELQUES AVANCÉES SUR LE FROTTEMENT DE SURFACES DE POLYMÈRE

C. Gauthier
Institut Charles Sadron CNRS-UPR 22, 23 rue du Loess - F-67034 STRASBOURG Cedex
christian.gauthier@ics-cnrs.unistra.fr - Tél. 03 88 41 40 85

Lors d'un contact macroscopique entre deux surfaces solides rugueuses en mouvement relatif, le frottement est défini comme étant égal au rapport de la force tangentielle sur la force normale appliquée et doit être modélisé par une approche statistique prenant en compte la contribution élémentaire de chaque jonction entre rugosités antagonistes. Le coefficient de frottement résultant, dit macroscopique, intègre les déformations mécaniques se produisant localement autour des aspérités, mais aussi différents phénomènes interfaciaux - typiquement l'adhésion - se produisant localement. A l'échelle d'un mono-contact le frottement est dit apparent et peut être décomposé en deux termes : le premier dû aux déformations mécaniques autour de la zone de contact, le second directement liée au frottement vrai local dit adhésif. Afin de caractériser les phénomènes d'interface, processus élémentaires participant au frottement global, il est nécessaire de se situer au niveau d'un mono-contact et d'analyser la mécanique du contact adhésif en contrôlant la pression de contact, la vitesse, les états de surface et la température.

Le frottement et l'adhésion sont donc intimement liés et sont tous deux des processus de dissipation d'énergie. La difficulté du travail consiste à différencier les contributions des différentes dissipations, de surface ou de volume, pouvant avoir lieu lors de contacts adhésifs dynamiques sur des surfaces de polymère.

L'objectif de la présentation est de mettre en avant un début de corrélation entre le frottement et certains phénomènes adhésifs de surface. Une approche originale pu être menée grâce à l'utilisation de deux appareillages développés au laboratoire permettant l'étude de contacts dynamiques, entre une sphère et un plan, en déplacement tangentiel (Micro Visio Scratch) et normal (JKR dynamique). La spécificité de ces deux techniques est d'avoir une vision in-situ un contrôle de la température et un balayage en vitesse.

EVALUATIONS VITRO DE LA TENUE DE DEPOTS DE MAQUILLAGE

J. Bonnard
L'Oréal_R&I - Aulnay sous Bois (France)

Dans un contexte caractérisé par un engagement fort vers l'éco-conception, le maintien de la tenue du dépôt de nos formules sur la peau est un enjeu majeur, en particulier dans le domaine du maquillage. Elle est caractérisée par une résistance du dépôt à un certain nombre d'agents d'élimination, pour permettre une bonne rémanence du dépôt coloré à la surface de la peau, des lèvres ou des cils/sourcils. Les agents d'élimination peuvent être de type mécanique (frottements, contacts inévitables...) et /ou chimique (Eau, sébum, sueur, huiles., aliments.).
Les polymères filmogènes jouent un rôle essentiel dans les formules cosmétiques de maquillage revendiquant une tenue longue durée. Ces polymères doivent présenter à la fois des propriétés adhésives et cohésives pour assurer une adhérence efficace et une cohésion solide du produit sur le substrat. Les propriétés adhésives des polymères filmogènes leur permettent de se fixer sur la surface de la peau. Ils sont ainsi garants du non-transfert et de la résistance des produits de maquillage sur une longue période. Les propriétés cohésives des polymères filmogènes sont responsables de la résistance et de l'intégrité de la formule. Ces polymères doivent être capables de former un film continu et homogène sur la peau pouvant résister même en cas de frottement, de transpiration ou de contact avec tout élément chimique comme l'eau, le sébum ou l'huile alimentaire.
Pour évaluer les propriétés adhésives et cohésives des polymères filmogènes utilisés dans les formules cosmétiques de maquillage, différentes techniques sont utilisées au laboratoire à l'aide d'outils manuels ou de plateforme automatisée. Ces différentes méthodes sont mises en œuvre depuis la phase de conception de nouvelles matières premières jusqu'à des formules finies. La traction, le frottement et le pelage sont utilisés pour déterminer les propriétés d'adhérence et d'adhésion. La cohésion du film est évaluée par des tests de résistance qui permettent de déterminer si le film reste intact et intègre lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques en présence ou non d'agresseur chimique cosmétique. Il est également possible, au travers de ces tests, de faire une évaluation du transfert d'une formule sur le substrat. Différents exemples d'évaluations des performances de polymères filmogènes seront présentés.

L'ART D'UTILISER UN PINCEAU, AVEC OU SANS PEINTURE !

C. Poulard
Université Paris-Saclay - Orsay (France)

En analysant la forme d'une grande variété de pinceaux commerciaux, nous avons observé que, contrairement à une idée reçue, ils ne sont pas homothétiques et leur forme suit une loi d'échelle universelle, quelle que soit la typologie de pinceaux, reliant la longueur des poils au diamètre de la férule. Pour comprendre l'origine de cette loi d'échelle, nous avons étudié la réponse mécanique de différents pinceaux lors de cycles de compression/décompression. Nous avons mis en évidence une réponse linéaire à de faibles taux de déformation ou les frottements avec la surface jouent un role crucial, accompagnée d'une réponse fortement non linéaire à de hauts taux de déformation. De plus, une hystérésis importante également caractéristique de la présence de forces de friction entre chacune des fibres du pinceau et la surface, a été observée.
Nous avons finalement analysé la raideur mesurée, qui s'avère indépendante de la nature du pinceau. Enfin, nous avons mesuré la tache de peinture laissée par ces pinceaux, ce qui nous a permis de proposer une compréhension de l'émergence de cette courbe universelle du point de vue d'un peintre.

MICHELIN : L'ÉTUDE DES INTERFACES AU SERVICE DE LA MANUFACTURE DE COMPOSITE

N. Pujol
Michelin - Clermont-Ferrand (France)

Depuis plus d'un siècle, Michelin fabrique l'objet composite par excellence : le pneumatique. De sa fabrication, à sa fin de vie, en passant par son usage, le pneumatique côtoie des interfaces diverses et variées, qui ajoutent à chaque étape de la vie du pneu une contrainte pour les manufacturiers. À l'état de fondu, le polymère chargé doit être pétri, puis décollé de toutes sortes d'outils en industrie. Lors de son assemblage, il doit adhérer à ses voisins matériaux - renforts ou autres mélanges polymères - afin de constituer l'objet final. Sur route, ou hors route, il doit maintenir le contact avec le sol, tout en conservant son intégrité lors des usages les plus sévères. En fin de vie, sa recyclabilité est dépendante de notre capacité à séparer les nombreuses couches qui composent le pneu. Aujourd'hui, Michelin étend son activité au-delà du pneu, pour s'intéresser aux matériaux composites à haute valeur ajoutée. Cette ouverture offre autant d'opportunités que de nouvelles interfaces à étudier, comprendre, et maitriser. Cette présentation donne une vue d'ensemble des problématiques d'adhésion chez Michelin, avec un zoom sur les sujets actuels dans la R&D de l'entreprise.

Conférence invitée

COMMENT DIMENSIONNER UN ASSEMBLAGE COLLÉ SUR STRUCTURE MÉTALLIQUE VIA LES APPROCHES DE LA MÉCANIQUE DE LA RUPTURE ?

E. Lepretre[1], Q. Sourisseau[1], M. Deydier[2], X. Chapeleau[3], S. Paboeuf[2], S. Chataigner[1]
[1] MAST-SMC, Université Gustave Eiffel, Campus de Nantes - Bouguenais (France)
[2] Marine & Offshore, Section Matériaux Composites, Bureau Veritas - Bouguenais (France)
[3] COSYS-SII, I4S, INRIA, Université Gustave Eiffel, Campus de Nantes - Bouguenais (France)

La fatigue et la corrosion sont les principales pathologies affectant la durée de vie des structures métalliques terrestres (ponts) et offshore (jacket d'éoliennes offshore, unités flottantes). Face à ces pathologies, plusieurs options sont possibles en fonction de la structure concernée et de son environnement. Pour certaines structures, la mise en œuvre d'un renforcement classique, à chaud (découpe et soudure d'une nouvelle tôle en acier), pose des problèmes de sécurité et d'interruption d'activité. La mise en œuvre d'un patch en polymère renforcé de fibres (PRF) collé présente alors de nombreux avantages : légèreté, procédé non intrusif, temps d'arrêt court, sécurité des personnes. Cependant, le dimensionnement d'un patch composite de grandes dimensions efficace et fiable nécessite une bonne connaissance du comportement mécanique de l'assemblage collé, notamment dans les zones de concentration de contraintes en bord de patch. La modélisation et la prédiction de l'endommagement des joints collés est une tâche difficile en raison de la complexité des phénomènes qui s'y produisent. Ceux-ci sont liés notamment au traitement de surface du substrat, aux mécanismes d'endommagement des matériaux seuls et de l'interface substrat/adhésif, à la présence de défauts dans le joint collé, à la variation locale de rigidité, ainsi qu'aux différents comportements et résistances des matériaux assemblés [1].
Une méthodologie robuste de dimensionnement d'un patch collé pour la réparation de structures métalliques a été développée au sein du laboratoire SMC (Structures Métalliques et à Câbles) de l'Université Gustave Eiffel, campus de Nantes. Cette méthodologie combine des essais expérimentaux de mécanique de la rupture avec une modélisation numérique basée sur l'utilisation des zones cohésives [2, 3]. Les essais de caractérisation de la résistance des interfaces collées sont réalisés en mode I (essai Double Cantilever Beam), en mode II (essai End Notched Flexure) et en mode mixte I+II (essai Mixed Mode Bending). Une fibre optique collée sur l'éprouvette est utilisée pour suivre la propagation de fissure au cours de l'essai. In fine, la détermination des taux de restitution d'énergie critiques permet la construction des modèles de zones cohésives.

Références

[1] L. F. M. Da Silva, Ed. Modeling of Adhesively Bonded Joints, Springer-Verlag Berlin Heidelberg., 2008.
[2] Q. Sourisseau, Development of a robust methodology for the design assessment of bonded reinforcements on steel structures: Use of cohesive zone model and distributed optical fiber for characterization, PhD Thesis, Nantes Université, 2022.
[3] Q. Sourisseau et al., Development of composite patch for offshore steel repair, in : Journées Nationales des Composites JNC 2023, Besançon, France, 2023.

RÔLE DE LA MICROSTRUCTURE DES INTER-PLIS SUR LA CONSOLIDATION DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES À HAUTE PERFORMANCE

G. Miquelard-Garnier[1], R. Arquier[2], I. Iliopoulos[2], G. Régnier[3]
[1] *Laboratoire PIMM, CNAM - Paris (France)*
[2] *Laboratoire PIMM, CNRS - Paris (France)*
[3] *Laboratoire PIMM, ENSAM - Paris (France)*

La consolidation de composites thermoplastiques haute performance est beaucoup moins bien comprise que celle de leurs homologues thermodurcissables. On suppose généralement que la qualité de la consolidation est directement liée à l'élimination des porosités, l'objectif étant d'obtenir des propriétés mécaniques adaptées aux applications notamment aérospatiales. Nous proposons une étude systématique de l'évolution temporelle de la microstructure d'échantillons de polyéthercétone (PEKK)/fibres de carbone à 60% en volume consolidés à basse pression dans un rhéomètre couplée à une mesure de la résistance au cisaillement interlaminaire (ILSS). Les résultats montrent que malgré des teneurs en vides similaires et bien inférieures à 1 % (critère usuel de l'aéronautique), les échantillons peuvent présenter des différences significatives dans les valeurs ILSS que ce soit pour des échantillons à plis croisés ou unidirectionnels. Une méthode d'analyse microstructurale développée dans le cadre de ce travail montre que, pour ces matériaux, la qualité de la consolidation est plutôt liée à une réorganisation de l'inter-pli, qui est une région riche en résine d'une épaisseur typique de 10 µm, lentement repeuplée en fibres pendant la consolidation [1].

Références

[1] Arquier R., Sabatier H., Iliopoulos I., Régnier G., Miquelard-Garnier G.*, "Role of the inter-ply microstructure in the consolidation quality of high-performance thermoplastic composites", Polymer Composites, 2024, 45 (2), 1218-1227. DOI: 10.1002/pc.27847

Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet HAICoPAS (projet de recherche et développement structurant pour la compétitivité, piloté par Hexcel et Arkema) et de la Chaire industrielle Arkema (Arkema/ CNRS-ENSAM-Cnam). BPI France est remerciée pour le financement de la thèse de R. Arquier (numéro de projet : PSPC.AAP-7.0_HAICoPAS).

COMPORTEMENT STATISTIQUE D'ADHÉSIFS À RENFORT PARTICULAIRE - DU MATÉRIAU À L'ASSEMBLAGE

J. Jumel[1], I. Beriah[1], P.Y. Corbel[1], M. Diakhate[2]
[1] *IRDL / ENSTA Bretagne - Brest (France)*
[2] *IRDL / Université Bretagne Occidentale - Brest (France)*

Les adhésifs sont souvent des formulations complexes comprenant de nombreux réactifs et composants. Des particules de diverses formes, natures et dimensions sont ainsi fréquemment ajoutés de façon à conférer à l'assemblage les performances thermomécaniques adéquates mais également pour faciliter sa mise en oeuvre. Si la présence de bulles et porosités et souvent discuté car considéré comme la présence d'un défaut mécanique au même titre que des décohésion locale, l'influence de ces particules sur le comportement mécanique du joint de colle et peu discuté. Quelques travaux ont cependant mis en évidence le lien entre statistique de rupture et présence de particules et pores. Nous nous proposons ici de discuter plus en détail d'un point de vue théorique le lien entre microstructure, et transfert de charge au sein d'un assemblage collé réalisé au moyen d'un adhésif présentant de forte fluctuation de comportement en lien avec une microstructure très aléatoires.

LES COLLAGES BOIS-EPOXY EN AVIATION

K. Reiling[1], M. Leitwein[2]
[1] *Hochschule Landshut, Université des Sciences Appliquées - Landshut (Allemagne)*
[2] *KRP Mechatec Gmbh - Garching (Allemagne)*

Les collages structuraux en aviation sont traditionellement réalisés avec les colles phénoliques type PRF (phénol-résorcinol-formaldéhyde), qui ont démontré des performances spécifiées pendant de longues années avec grande fiabilité. Les epoxies, qui sont beaucoup plus jeunes, ont suivi un développement rapide dans le domaine du génie mecanique et sont connus pour leur très bonne tenue en collage structural des métaux. Suivant la mode les constructeurs d'avions ont commencé à remplacer les colles PRF par les epoxies et polyurethanes sans réellement connaître et comprendre l'adhésion bois-colle. Les résines epoxy dans la fabrication des avions composite ont ainsi trouvé leur chemin dans des collages bois sans être certifiés pour une telle application. Le Luftfahrtbundesamt LBA (autorité nationale allemande pour la certification d'avions) a donc lancé un projet pour clarifier les performances des colles structuraux epoxy v.à.v. des colles PRF et des résines epoxy pour composites. La DGAC française avait entre temps interdit l'usage des colles polyurethanes pour avions en bois. La recherche comprenait la caractérisation mécanique des adhésifs en traction et cisaillement à vitesse de déformation contrôlée, les essais des bois d'aviation, les collages bois et les essais sous plusieurs régimes de température et d'humidité. Les essais ont montré que les epoxies ne peuvent pas remplacer les colles PRF pour un collage structural en aéronautique suite aux performances médiocres sous conditions humides et surtout par manque de tenue sous temperature élevée. Les bonnes performances des colles PRF sont liés à une couche très mince et la dilatation sous l'humidité comparable aux bois ce qui evite un déchirement entre les cellules du bois et l'adhésif. En plus la lignine du bois et la colle phénolique se comprennent très bien suite à leur chimie près que identique. Les epoxies par contre n'ont quasiment aucune dilatation et créent donc des fortes contraintes dans les couches limites au cours de variations d'humidité. Cela provoque des ruptures du bois qui semblent provenir d'une mauvaise adhésion.

Références

FE-Projekt-Nr. 50.367/2018 Epoxidharze in der Luftfahrt, Schlussbericht: 03.05.2022
Wood Handbook, Wood as an Engineering Material, Forest Products Laboratory, United States Department of Agriculture, Report FPL-GTR-190, 2010
Colles à bois pour les constructions aéronautiques, Guide DSAC/NO, G-61-00, Ministère de la Transition écologique et solidaire, indice A, 05 juillet 2018

Remerciements

Les auteurs remercient le Ministère des Transports et des Infrastructures Digitales allemand (BMDV, Bonn) pour avoir financé ce projet et le Luftfahrtbundesamt (LBA, Braunschweig) pour les discours techniques intenses. Nous remercions aussi les maîtres menuisiers Mr. Josef Griener et Mr. Richard Maier de Bitz GmbH à Augsburg pour leur soutien et savoir profond du travail du bois pour avions.

Conférence invitée

LA FONCTIONNALISATION DE SURFACE ASSISTÉE PAR PLASMA POUR CONTROLER L'ADHÉSION

A. Aissam, J. Carneiro de Oliveira, V. Roucoules, F. Bally-Le Gall
Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M, UMR 7361), CNRS, Université de Haute-Alsace, Université de Strasbourg, Mulhouse (FR)

Un plasma est un gaz ionisé constitué d'un grand nombre d'espèces différentes (des électrons, des ions, des atomes, des radicaux et des molécules) dans différents états énergétiques. De nombreuses technologies mettant en œuvre principalement des plasmas dits froids ont été développées au fil du temps pour induire des modifications de surface tels que l'ablation, le greffage de groupements chimiques ou le dépôt de films minces de polymères fonctionnels. Ces traitements plasma, opérant en phase gazeuse, s'affranchissent de l'utilisation de tout solvant, et ne provoquent pas d'échauffement thermique important ; ils peuvent être qualifiés de procédés verts et sont compatibles avec une large gamme de matériaux, notamment thermosensibles, ayant éventuellement des géométries complexes, comme des textiles par exemple. La modification de la surface des matériaux s'effectue généralement sur une épaisseur de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres, ce qui entraîne des interactions significativement différentes de la surface du matériau traité avec son environnement (qu'il soit solide, liquide ou gazeux), sans en altérer ses propriétés massiques.
Dans le domaine de l'adhésion, les traitements plasma sont par exemple utilisés pour nettoyer des surfaces de certains contaminants ou pour augmenter la polarité de la surface du matériau avant sa mise en contact avec un autre milieu (encre, adhésif…). Le plasma peut également être utilisé pour induire la formation d'un film mince de polymère réticulé à la surface du matériau à partir de molécules de faible masse molaire (précurseur), on parle alors de polymérisation assistée par plasma ou polymérisation plasma. La nature des groupements fonctionnels présents dans le film mince synthétisé, leur densité et le taux de réticulation de ce revêtement polymère sont contrôlables par le choix du ou des précurseur(s) utilisé(s) et des paramètres de procédé. Ainsi, il est possible de produire des films minces de (co)polymères fonctionnels ayant une grande variété de structures chimiques et de propriétés physiques. Par ailleurs, les polymères plasma adhèrent généralement bien au substrat car la polymérisation a lieu dans la phase plasmagène mais également à partir de la surface du substrat grâce aux radicaux générés à la surface du matériau traité.
L'Institut de Science de Matériaux de Mulhouse (IS2M) dispose d'une expertise de plus de vingt ans sur les traitements plasma et plus particulièrement la polymérisation plasma. Différents exemples applicatifs de fonctionnalisation de surface notamment par polymérisation plasma seront décrits.[1] Le contrôle de l'adhésion entre le matériau traité et son environnement sera discuté pour des systèmes solide / liquide (superhydrophobie, superhydrophilie), mais aussi solide / solide (assemblage de matériaux) ou encore solide / objet biologique (interaction avec une cellule ou une bactérie).[2] Des processus d'adhésion plus complexes, dits adaptatifs, c'est-à-dire capables de changer sous l'effet d'un stimulus externe, seront également présentés.[3]

Références :
[1] Carneiro de Oliveira, J.; de Meireles Brioude, M.; Airoudj, A.; Bally-Le Gall, F.; Roucoules, V. Materials Today Chemistry 2022, 23, 100646.
[2] Jebali, S.; Carneiro de Oliveira, J.; Airoudj, A.; Riahi, A.; Fioux, P.; Morlet-Savary, F.; Josien, L.; Ferreira, I.; Roucoules, V.; Bally-Le Gall, F. Coatings 2023, 13, 1827.
[3] Vauthier, M.; Jierry, L.; Boulmedais, F.; Carneiro de Oliveira, J.; Clancy, K. F. A.; Simet, C.; Roucoules, V.; Bally-Le Gall, F.; Langmuir 2018, 34, 11960.

FABRICATION DE SURFACES À FORT CONTRASTE D'HYDROPHILIE PAR COLLAGE DIRECT POUR L'ASSEMBLAGE DES COMPOSANTS ÉLECTRONIQUES

P. Montmeat, E. Bourgeot, T. Enot, A. Thiolon, M. Vacon, F. Fournel
CEA - Grenoble

Une voie possible pour assembler les composants électroniques consiste à les empiler par collage direct. Cette méthode n'est performante qu'à condition de respecter la continuité électrique en alignant parfaitement les composants les uns avec les autres. Une manière d'assurer cette continuité consiste à adopter l'auto-assemblage comme technique de collage. Dans ce cas, l'alignement d'une puce sur son site d'accueil est assuré par le confinement d'une goutte d'eau sur le périmètre de la surface de collage. Ce confinement est imposé par un contraste d'hydrophilie entre la zone de collage hydrophile et son pourtour hydrophobe composé d'un polymère fluoré (Figure 1-1). La fabrication du composant n'est pas classique car il faut traiter le pourtour d'une surface de collage sans dégrader son état de surface et notamment sa contamination organique et particulaire. Généralement, un procédé de masquage du site de collage par une résine de photolithographie est utilisé et conduit à des performances d'auto assemblage satisfaisantes (Figure 1-2). Malgré tout, des traces de résine peuvent être observées sur la surface et altérer la qualité de l'interface de collage. Comme cela est schématisé en figure 1-3, nous avons proposé une approche complètement différente et innovante de protection des sites de collage par un collage temporaire. Dans un premier temps, ces sites sont nettoyés sans aucune contrainte liée à la préservation d'une couche organique. Puis cette surface ultra propre est collée directement avec une autre plaquette de silicium pourvue de piliers destinés à masquer la surface de collage. En immergeant cet empilement dans une solution d'un composé hydrophobe, le liquide accède uniquement à la surface extérieure des zones collées au travers des cavités de la structure. Nous avons validé cette méthode de fabrication pour des collages auto-assemblés de puces de 10x10 mm² avec un alignement inférieur à 1 µm. Les images acoustiques de la figure 1-3 illustrent l'apport du nouveau processus de fabrication à la qualité de l'interface de collage.

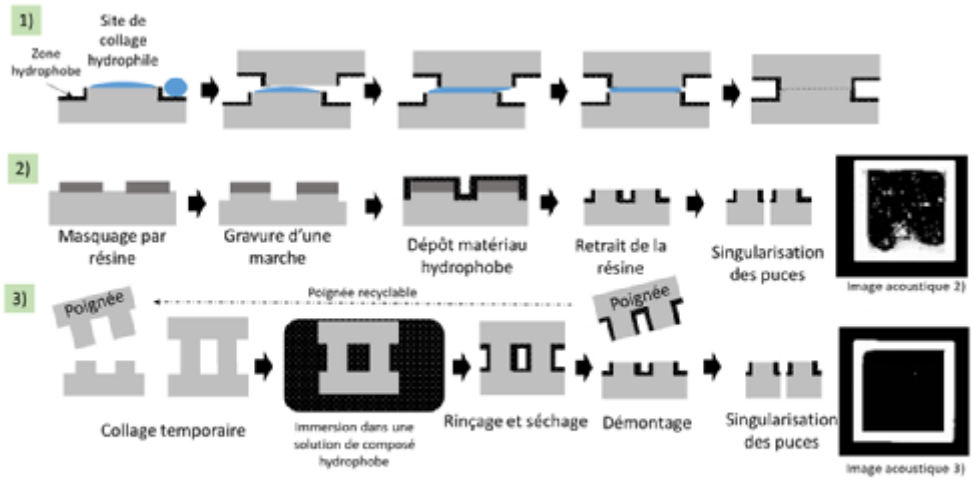


Figure 1 : 1) Collage de puces auto-assemblées, 2) Procédé de fabrication par photolithographie et 3) Procédé par protection. Les images acoustiques des collages issus des procédés (2) et (3) sont présentées à gauche.

Figure 1

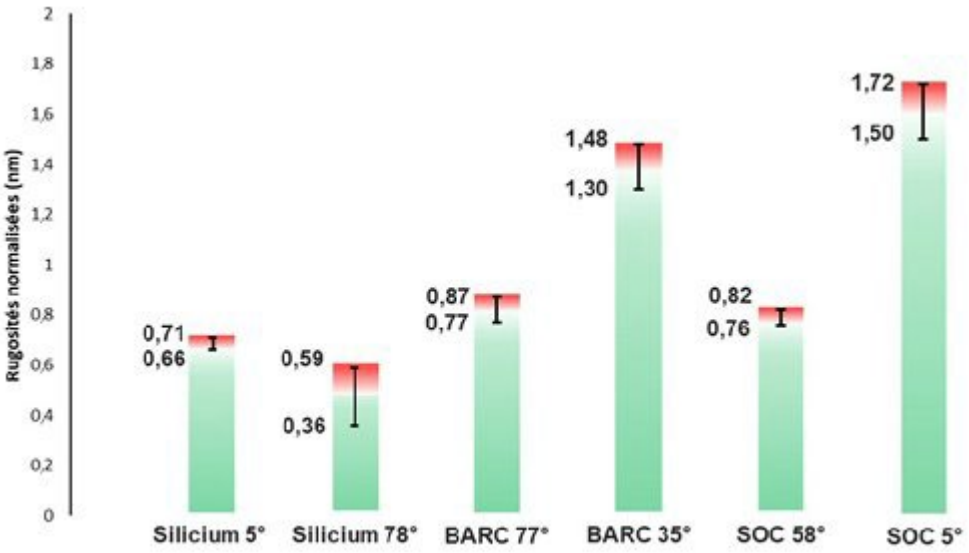
COLLAGE DIRECT DE SURFACES DE POLYMÈRES : EFFET D'UN TRAITEMENT HYDROPHILE

M. Dautriat, P. Montméat, F. Fournel
CEA Leti - Grenoble (France)

Le collage direct consiste en l'adhésion spontanée de deux surfaces solides sans intermédiaire liquide. Il nécessite des conditions très strictes de surface telles que la planéité, l'absence de particules et une microrugosité inférieure à 0,5 nm RMS [1]. Le collage direct de surfaces hydrophiles de silicium est bien connu. En revanche, le collage direct de surfaces hydrophobes est moins décrit dans la littérature et nous avons démontré qu'il était possible de coller directement des surfaces hydrophobes constituées de polymères [2]. L'objectif de l'étude est de rendre hydrophile la surface d'un film de polymère et d'évaluer l'effet de ce traitement de surface sur ses propriétés d'adhésion. Nous avons choisi de traiter les polymères par UV/O3 : il s'agit d'une méthode classique pour modifier l'hydrophilie et l'adhésion des polymères [3]. Deux polymères de photolithographie ont été utilisés : BARC AR26N de 32 nm d'épaisseur et SOC HM8102 de 100 nm d'épaisseur. Des mesures infra-rouge ainsi que d'angle de contact à l'eau, d'ellipsométrie et de rugosité par AFM ont été réalisées. Les films de polymères traités par UV/O3 sont plus hydrophiles (angles de contact de 35° et 5° contre 77° et 58° à l'origine) et leur rugosité RMS a été réduite (0,2 et 0,3 nm contre 0,3 et 0,4 nm). Des collages directs sur ces films de polymères hydrophiles ont pu être réalisés et nous avons observé une élévation des valeurs d'énergie d'adhésion et de vitesse d'onde de collage. Cette augmentation d'énergie nous a permis de coller les films de polymères avec des substrats de rugosité variable. Comme cela est présenté en figure 1, le collage direct de silicium n'est possible que pour une rugosité inférieure à 0,7 nm. En revanche, une surface de polymère hydrophobe rehausse cette limite à 0,8 nm et le traitement hydrophile l'étend à 1,7 nm. Enfin, une augmentation de l'énergie d'adhérence a été observée.

Références

[1] H. Moriceau et al., Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnol., 1, 043004 (2011).
[2] M. Dautriat, P. Montméat et F. Fournel, ECS Trans., 112, 51 (2023).
[3] M. L. Sham et al., J. Comp. Mat., 43, 1537 (2009).



Limite de collage direct de différents matériaux

OPTIMISATION DES PROCÉDÉS PLASMAS DE TRAITEMENT DE SURFACE ET DE DÉPÔT CHIMIQUE EN PHASE VAPEUR POUR L'ADHÉSION DIRECTE ENTRE POLYMÈRE ET MÉTAL

D. Bensalem, M. Buske
Plasmatreat Gmbh - Steinhagen (Germany)

Dans l'Union européenne, les voitures particulières sont responsables d'environ 12 % des émissions totales de CO2, selon un rapport de l'Agence européenne pour l'environnement (AEE) publié en 2019. [1] Pour réduire les émissions de CO2 dans le secteur des transports, l'allègement du véhicule apparait comme indispensable pour améliorer l'autonomie des véhicules.

Différentes stratégies d'allègement qui peuvent être envisagées, la combinaison polymère/métal est mise en avant comme une solution industrielle offrant une flexibilité de conception (géométrie complexe) et des avantages potentiels en termes de coûts. Cependant, pour garantir une liaison durable entre le polymère et le métal, une préparation de surface spécifique et une modification chimique doivent être optimisées afin de pouvoir répondre aux exigences d'adhésion, en particulier après des tests de vieillissement sévères et une exposition à différents environnements présentant des variations de température ou une humidité élevée.

Parmi les différentes méthodes de préparation de surface couramment utilisées dans l'industrie automobile, le traitement plasma à pression atmosphérique apparaît particulièrement intéressant car il s'intègre facilement dans la chaîne de production et est considéré comme une solution respectueuse de l'environnement.[2] Il est également possible de déposer des revêtements fonctionnels en plus de l'activation de surface et du nettoyage de surface pour créer une interface appropriée à la surface du métal et assurer l'adhésion directe avec un polymère injecté.

Dans ce travail, une combinaison unique de procédés plasmas générés à pression atmosphérique seront présentés pour la préparation de surface et le dépôt de couches minces. Ces deux procédés sont identifiés comme une solution innovante pour combiner, sans adhésifs, polymère (PA6, PP) et métal (Acier, Aluminium) et atteindre des valeurs d'adhésion élevées même après des tests de vieillissement très exigeants. Des mécanismes d'adhésion seront également proposés pour expliquer la liaison à long terme obtenue entre des matériaux différents sur la base de la caractérisation de surface (FTIR, SEM, WCA…).

Références

[1] CO2 performance of new passenger cars in Europe. https://www.eea.europa.eu/en/analysis/indicators/co2-performance-of-new-passenger
[2] Bensalem et al. Atmospheric plasma activation and thin film deposition processes for adhesion improvement and corrosion resistance in the automotive industry – Plasma Process and Polymers Volume 20, Issue 5 (2023)

ADHÉSIFS STRUCTURAUX RÉSISTANT À L'IMPACT MÉTHACRYLATE DE MÉTHYLE

F. Facon
Le Thillay (France)

Après une présentation rapide de la société Jacret, nous expliquerons les avantages techniques de la gamme Aderis.
La gamme MMA ADERIS est basé sur plusieurs brevets permettant d'obtenir un adhésif hybride qui allie les avantages de 3 chimies d'adhésifs parmi les plus connues : époxyde, polyuréthanne et bien sûr MMA. Les performances en température de transition vitreuse, amortissement, comportement à l'impact ainsi que d'autres propriétés seront abordées.
Des cas d'applications industrielles permettront d'éclairer l'intérêt de ces performances avec des caractérisations mécaniques des adhésifs employés lors de ces programmes.
Les évolutions vers de matériaux biosourcés ou des solutions faible odeur seront évoquées.

PROMOTION D'ADHÉSION DE PEINTURE POLYURÉTHANE SUR L'ALUMINIUM PAR TRAITEMENT PAR PLASMA ATMOSPHÉRIQUE

J. Berckmans[1], C. Tubier[1], V. Cristaudo[2], R. Revilla Castillo[2], C. Poleunis[3], H. Terryn[2], A. Delcorte[3], F. Reniers[1]
[1] Chemistry of Surfaces, Interfaces and Nanomaterials (CHEMSIN), Faculty of Sciences, Université Libre de Bruxelles - Bruxelles (Belgium)
[2] Research Group Electrochemical and Surface Engineering (SURF), Department of Materials and Chemistry, Vrije Universiteit Brussel - Bruxelles (Belgium)
[3] Unité Physico-Chimie et de Physique des Matériaux (PCPM), Université Catholique de Louvain - Louvain-La-Neuve (Belgium)

À l'heure actuelle, de nombreuses recherches sont en cours afin de remplacer les prétraitements de l'aluminium à base de chrome VI. Dans cette démarche, les plasmas atmosphériques sont une alternative intéressante. En effet, ils offrent de vastes possibilités de modifications de surface telles que la pulvérisation, le greffage et la fonctionnalisation de surface. De plus, ils présentent aussi l'avantage d'être facilement industrialisable. [1,2]
Dans ce travail, les surfaces d'aluminium 99,99% sont modifiées à l'aide de torches plasma à pression atmosphérique et les effets sur l'adhésion sont étudiés. Les modifications de surface induites par le traitement plasma en termes de mouillabilité, de chimie et de rugosité sont investiguées par mesures d'angle de contact statique (WCA), spectroscopie des photoélectrons X (XPS), spectrométrie de masse des ions secondaire (ToF-SIMS), spectrométrie infrarouge par réflectance totale atténuée (ATR-IR) selon la configuration de Kretschmann, microscopie à forces atomiques (AFM) et profilométrie à stylet. En parallèle, la phase plasma est caractérisée par spectroscopie d'émission optique (OES) ainsi que par spectrométrie de masse (MS). La corrélation existante entre les espèces présentes dans la post-décharge et la modification de surface résultante est aussi étudiée. Pour finir, l'adhésion de couche de peinture polyuréthane commerciale sur des échantillons d'aluminium modifié par plasma atmosphérique est étudiée par un test d'adhésion à l'aide de ruban adhésif en accord avec la norme ASTM D3359 complétée par une analyse d'image afin d'obtenir une information quantitative.
Nos résultats mettent en évidence une augmentation de l'adhésion de la peinture polyuréthane sur l'aluminium traité par plasma (Fig 1). Nous montrons également une corrélation entre les paramètres des traitements plasma, les modifications de surface et l'adhésion de la peinture.

Références
[1] H. Butt, K. Graf, M. Kappl, Phys. Chem. Interfaces 2013, 28,1379.
[2] K. G. Kostov, T. M. C. Nishime, A. H. R. Castro, A. Toth,L. R. O. Hein, Appl. Surf. Sci. 2014, 314, 367.

ADHÉSION PAR POLYMÉRISATION ET RÉTICULATION INTERFACIALES: NOUVEAU CONCEPT D'ASSEMBLAGE BASÉ SUR LES RÉACTIONS DE MICHAEL

F. Ponzio[1], M. Brogly[1], J.F. Stumbe[1], F. Cavodeau[1], R. Perrin[2], C. Robach[2], J. Breuils[2], A. Rannée[2], B. Clément[2], A. Sarbu[2]
[1] *UHA-LPIM - Mulhouse (France)*
[2] *Soprema - Strasbourg (France)*

Depuis plusieurs années, le secteur de la construction a commencé à mettre en œuvre de nouveaux matériaux innovants pour obtenir des performances plus élevées, de nouvelles fonctionnalités et réduire l'empreinte carbone. L'utilisation d'adhésifs pour remplacer les fixations mécaniques ou les méthodes de collage dangereuses et résister aux variations météorologiques est particulièrement intéressante. Cependant, dans la plupart des cas, les systèmes adhésifs nécessitent de l'énergie thermique, un catalyseur, un solvant, une pression et sont à base de solvants. Pour créer des adhésifs hautes performances sans solvants ni catalyseurs et ne nécessitant pas d'énergie thermique supplémentaire pour adhérer, de nouveaux systèmes innovants doivent être étudiés. L'étude présentée concerne un nouveau système adhésif réticulé basé sur la réaction de Michael. Il en résulte le développement[1] de systèmes adhésifs réticulés originaux basés sur des réactions d'addition de Michael, et plus particulièrement des réactions Aza-Michael (Fig. 1), capables de réagir à température ambiante sans catalyseur ni solvant après une addition nucléophile d'amines primaires ou secondaires avec des groupes insaturés comme les fonctions acrylates, Comme mentionné ci-dessus, les nouveaux systèmes adhésifs doivent fonctionner correctement lorsqu'ils sont exposés à des contraintes météorologiques externes telles que la chaleur et l'eau. Ce travail décrira d'une part comment ces prépolymères originaux interagissent avec l'eau sous vieillissement accéléré et, d'autre part, comment la fonctionnalité et la structure du donneur et de l'accepteur de Michael affectent le vieillissement thermo-oxydant des adhésifs. De plus, en ajustant le rapport de fonction stœchiométrique, il est possible d'adapter les propriétés mécaniques et d'améliorer la durabilité de l'adhésif. Un nouveau concept d'assemblage basé sur la réaction interfaciale de Michael est développé, l'assemblage étant constitué de deux substrats, chacun traité avec un composant réactif qui réagissent entre eux une fois le contact interfacial assuré (Fig. 2).

Références
1. Brevet WO2024062194

RUPTURE, FRONTS ET DISSIPATION EN MATIÈRE MOLLE - DEUX CAS SIMPLES

E. Barthel[1], P.Y. Corbel[2], P. Fourton[3], P. Elzière[4], M. Ciccotti[1]
[1] SIMM CNRS / ESPCI / SU - Paris (France)
[2] Institut de Recherche Dupuy de Lôme – CNRS ENSTA Bretagne - Paris (France)
[3] Saint-Gobain Recherche Paris - Aubervilliers (France)
[4] Saint-Gobain Recherche Compiègne - Compiègne (France)

Nous revisitons le problème de la dissipation en front de fissure en matière molle en considérant deux comportements simples. En partant du « modèle standard », dans lequel la viscoélasticité linéaire est supposée expliquer la majeure partie de la dissipation, nous montrerons que des résultats expérimentaux récents utilisant la luminescence induite par la rupture sont bien décrits par cette théorie, qui peut donc s'appliquer de façon raisonnablement quantitative aux polymères "suffisamment viscoélastiques" [1]. Il n'en reste pas moins que le modèle viscoélastique linéaire, au-delà de ces rares cas, échoue généralement, et de loin, à rendre compte de façon cohérente de la dynamique de rupture d'adhésion de systèmes mous. Nous discuterons l'origine de cette difficulté. Pour aller plus loin, nous décrirons ensuite des expériences de rupture interfaciale entre un polymère très viscoélastique et des surfaces de verre. Contre toute attente, à des vitesses plus faibles, les expériences metttent en évidence des instabilités du front et une bifurcation, avant l'émoussement de la fissure. Ce type de réponse n'est pas du tout attendu dans le cadre de la visoélasticité linéaire. À l'aide d'un modèle numérique de fissure, nous montrerons que ce comportement signale en fait l'émergence de la viscoplasticité quand la vitesse du front est faible [2]. Nous discuterons de l'importance de ces observations pour la compréhension de la dynamique et de l'arrêt des fronts de fissure en matière molle, en nous appuyant sur les résultats de la littérature, y compris le problème connexe du (dé)mouillabilité dynamique [3].

Références

[1] The linear viscoelastic fracture theory applies to soft solids better when they are…viscoelastic Proc. R. Soc. A.48020230561 http://doi.org/10.1098/rspa.2023.0561
[2] travail en cours
[3] P. Hayoun et al., Triple line destabilization: Tuning film thickness through meniscus curvature, Phys. Rev. Fluids 7, 064002 – 2022 http://doi.org/10.1103/PhysRevFluids.7.064002

RUPTURE D'INTERFACE FIL ÉLASTOMÈRE, EFFET DU MODE DE CHARGEMENT ET EFFET MATÉRIAU

J. Jumel, P.Y. Corbel
IRDL / ENSTA Bretagne - Brest (France)

L'adhésion entre renfort et matrice est un paramètre fondamental régissant les conditions d'endommagement des matériaux composites en général. C'est également le cas pour les élastomères renforcés que l'on rencontre dans les applications pneumatiques ou conduites renforcées par exemple. Cependant, si cette performance mécanique est cruciale, elle est également difficile à caractériser faute à un manque de test adéquat et dont l'interprétation est par ailleurs souvent difficile. Dans ce cadre a été développé le RCAIT (rubber cord inflation test) qui consiste à produire un déchaussement du fil de la matrice par injection d'un fluide sous pression. Cette configuration d'essai conduit à une propagation autosimilaire de la décohésion et par application d'un bilan énergétique simple permet de relier pression du fluide en phase de propagation au taux de restitution d'énergie critique pilotant la décohésion. Lors de cette présentation, un bilan sera fait des derniers travaux theorique et expérimentaux conduits autour de ce test. Le rôle des conditions expérimentales (conditions de chargement, paramètres expérimentaux) sur la pression de rupture sera discuté. Le bilan énergétique permettant l'évaluation du taux de restitution d'énergie critique sera discuté mettant en évidence la difficile décovolution des mécanismes dissipatifs dans la gomme et la contribution de l'interface.

Conférence invitée

INFLUENCE DE L'ADHÉSION SUR LE GLISSEMENT DES LIQUIDES

F. Restagno
Université Paris Saclay, CNRS, Laboratoire de physique des solides, 91405 Orsay cedex

L'étude du glissement des liquides à l'interface liquide-solide révèle des phénomènes complexes influencés par divers facteurs tels que l'adhésion, l'énergie de surface et la température. Dans le cas des polymères, le glissement joue un rôle fondamental dans les mesures de rhéologie, dans les procédés d'extrusion, ou dans l'énergie d'adhésion mesurée lors d'un test de pelage d'un PSA. Nous avons mené une série d'expériences et de simulations numériques pour comprendre ces mécanismes en utilisant des polymères comme le polydiméthylsiloxane (PDMS) et le polystyrène (PS) sur des surfaces non-adsorbantes et faiblement adsorbantes.
En utilisant une méthode de vélocimétrie basée sur le photoblanchiment fluorescent [1], nous avons mesuré la longueur de glissement de divers liquides polymères sur des surfaces non-adsorbantes. Les résultats montrent que la longueur de glissement est proportionnelle à la viscosité du fluide et dépend de la température[2,3]. À haute température, une loi d'Arrhenius décrit bien la dépendance de la viscosité, et de la friction et de la longueur de glissement conduisant à une évolution non triviale de la longueur de glissement avec la température. Dans le cas de fluides surfondus, la viscosité devient super-Arrhenienne et la question de l'influence de la transition vitreuse sur le glissement devient une question ouverte[4].
Un autre paramètre important est la présence de chaînes adsorbées à la surface qui peuvent servir de promoteur d'adhesion. Ici, dans le cas du glissement, ces chaînes conduisent à la diminution du glissement qui réapparaît dans le cas d'un cisaillement for[5]t. Nous avons mesuré l'évolution temporelle du taux de cisaillement critique pour entrer dans le régime de fort glissement conformément au modèle de Brochard-de Gennes[6].
En conclusion, ces travaux mettent en lumière l'influence cruciale de la surface sur le glissement des polymères, offrant des perspectives nouvelles pour le contrôle et la manipulation des fluides dans diverses applications scientifiques et industrielles.

Remerciements : je tiens à remercier Alexis Chennevière, Marceau Hénot, Marion Grzelka, Suzanne Lafon et Liliane Léger sans qui cet exposé n'aurait pas lieu.

Références :

1. Hénot, M., Chennevière, A., Drockenmuller, E., Léger, L. & Restagno, F. Comparison of the Slip of a PDMS Melt on Weakly Adsorbing Surfaces Measured by a New Photobleaching-Based Technique. *Macromolecules* **50**, 5592–5598 (2017).
2. Hénot, M., Drockenmuller, É., Léger, L. & Restagno, F. Friction of Polymers: from PDMS Melts to PDMS Elastomers. *ACS Macro Lett.* **7**, 112–115 (2018).
3. Hénot, M. *et al.* Temperature-Controlled Slip of Polymer Melts on Ideal Substrates. *Phys. Rev. Lett.* **121**, 177802 (2018).
4. Lafon, S., Chennevière, A., Restagno, F., Merabia, S. & Joly, L. Giant slip length at a supercooled liquid-solid interface. *Phys. Rev. E* **107**, 025101 (2023).
5. Hénot, M., Drockenmuller, E., Léger, L. & Restagno, F. Sensing adsorption kinetics through slip velocity measurements of polymer melts. *Eur. Phys. J. E* **41**, (2018).
6. Léger, L. Surface anchored polymer: role in adhesion and friction. *Macromol.Symp.* **121**, 263-267- (1997).

COMMENT UTILISER LES MESURES DE L'ÉNERGIE DE SURFACE DANS LES PROCESSUS DE PRODUCTION ET DE CONTRÔLE QUALITÉ ?

V. Schloupt[1], S. Schaubach[2]
[1] *Dataphysics Instruments - Metz (France)*
[2] *Dataphysics Instruments - Filderstadt (Germany)*

Les encres de contrôle sont encore fréquemment utilisées dans les services de contrôle de la qualité pour déterminer les propriétés de surface des matériaux. Toutefois, les contrôles effectués à l'aide d'encres d'essai sont subjectifs et non reproductibles. L'analyse quantitative de l'énergie de surface de ces matériaux constitue une meilleure solution. L'énergie de surface est une mesure de la facilité avec laquelle la surface solide peut être mouillée par un liquide et de l'adhérence de matériaux solides ou liquides sur cette surface
La détermination quantitative de l'énergie de surface à l'aide de mesures de l'angle de contact présente plusieurs avantages par rapport aux encres d'essai : la méthode est objective, reproductible et fournit des informations supplémentaires, notamment les composantes polaires et dispersives de cette énergie de surface. La distinction entre les composantes polaires et dispersives permet de déterminer si la surface peut être mieux mouillée par des liquides aqueux ou à base d'huile et si les matériaux adhèrent bien les uns aux autres.
Le fabricant d'appareils DataPhysics Instruments a mis au point le goniomètre à angle de contact portable et autonome PCA 200, qui permet de mesurer quantitativement l'énergie de surface avec une grande précision, en toutes circonstances. La mesure en un seul clic du PCA 200 fournit en quelques secondes des résultats fiables sur l'énergie de surface sur l'écran tactile de l'appareil. Il est ainsi possible de se prononcer sur la qualité d'un revêtement ou la propreté d'un échantillon directement sur site et en cours de production.
En outre, les pièces de fabrication sont souvent trop grandes ou trop lourdes pour être analysées avec les appareils à angle de contact de paillasse utilisés dans les laboratoires sans les couper en morceaux. Le PCA 200 portable permet d'effectuer des mesures non destructives sur des pare-brise entiers de voitures, des pièces de carrosserie, des wafers de silicium et d'autres matériaux composites.
Dans cet exposé, nous présentons le goniomètre portable à angle de contact PCA 200 et montrons son utilité pour les applications dans les processus de fabrication et de contrôle de la qualité.

PROCÉDÉS DE TRAITEMENT DE SURFACE PAR VOIE SÈCHE SUR COMPOSITES CARBONE-ÉPOXY AVANT COLLAGE

F. Crestey[1], S. Kirchner[1], J. Lecomte[1], L. Ferres[1], A. Fernandez[2], T. Balutch[3], C. Debras[4], M. Péron[5], N. Cuvillier[6]
[1] *IRT Saint Exupéry - Talence (France)*
[2] *Airbus Operations - Getafe (Spain)*
[3] *Naval Group - Bouguenais (France)*
[4] *Thalès Alenia Space - Cannes (France)*
[5] *Arianegroup - Le Haillan (France)*
[6] *Safran Composites - Itteville (France)*

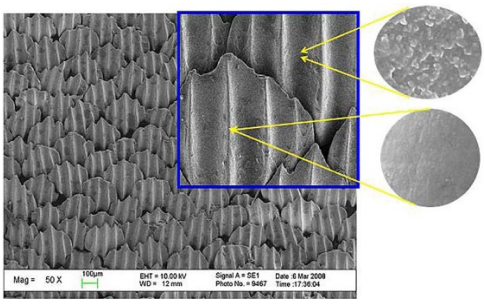
Dans l'industrie aéronautique comme aérospatiale, les polymères renforcés de fibres de carbone sont de plus en plus employés pour la réalisation d'assemblages collés car ils présentent notamment l'avantage d'alléger les structures. La préparation de surface avant collage est cruciale pour garantir la performance mécanique de ces collages structuraux. Les préparations de surface par laser et plasma dites par voie sèche sont une innovation radicale et alternative aux procédés historiques basés sur le ponçage. Ces technologies, telles que le laser UV, ont le potentiel d'égaler voire de surpasser les performances mécaniques des assemblages collés en composites. Dans un cas d'application industriel, outre la texturation et la fonctionnalisation de la surface, le laser a également pour but d'éliminer toute contamination de surface.
Depuis plusieurs années, l'IRT Saint Exupéry étudie et contribue à la montée en maturité des procédés de préparation de surface par laser et plasma, non seulement sur le plan technique via l'identification et la compréhension des paramètres optimaux de fonctionnement, mais aussi sur le plan industriel par l'intégration de ces moyens sur des plateformes automatisées et l'étude de la robustesse du procédé via l'analyse de la sensibilité des facteurs influents.
Dans ces travaux, la robustesse des procédés de préparation de surface laser et plasma sur des composites de type carbone-époxy est évaluée via la sensibilité à des paramètres telle la défocalisation, l'incidence ou encore la pollution. Les pollutions, provenant de l'environnement de production, peuvent affecter l'adhésion pour des concentrations aussi basses que le µg.cm-2. L'obtention d'une surface propre est un impératif pour assurer un procédé de collage robuste. L'étude porte en particulier sur un agent démoulant base silicone, déposé de manière contrôlée et homogène sur la surface via un dispositif de pulvérisation permettant l'obtention de concentrations maitrisées avec une grande précision. La capacité de la préparation de surface à éliminer des contaminations et garantir la performance du collage ainsi que l'impact sur la performance des collages des contaminations déposées après une préparation de surface seront présentés dans cette étude.
Différentes technologies de contrôle non destructif (CND) en ligne ont été développées pour assurer la robustesse du procédé de préparation de surface laser, permettant l'identification de toute singularité pouvant avoir lieu lors d'une préparation de surface laser. Un contrôle basé sur l'imagerie du plasma permet la détection d'une éventuelle défocalisation du laser pouvant mener à la modification des paramètres procédés et ainsi au traitement résultant. La présence de polluant est évaluée grâce à la technologie de LIBS (Laser Induced Breakdown Spectrometry) in situ, qui permet de suivre les raies caractéristiques d'un élément du polluant en temps réel.

RÉDUCTION DE LA TRAINÉE HYDRODYNAMIQUE PAR TEXTURATION DE SURFACE

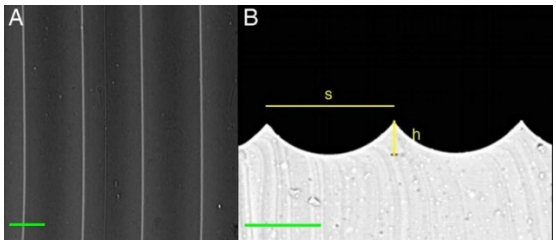
O. Zahhaf
Michelin - Clermont-Ferrand (France)

Durant ces dernières années, Michelin entreprend une stratégie de croissance et de diversification de son domaine d'activité. Par l'acquisition de plusieurs groupes tel que Fenner ou Flexible Composite Group, Michelin étend sa vision et son activité en matière de recherche et d'innovation au-delà du pneu, vers des matériaux et procédés de haute technologie et à forte valeur ajoutée. Parmi ces axes de croissance, nous retrouvons les matériaux réduisant la traînée hydrodynamique grâce à leur texturation de surface. Ce domaine de recherche émergeant a des implications significatives dans diverses industries, notamment l'ingénierie navale et les sports nautiques, où la réduction de la traînée se traduit par des économies d'énergie, une réduction des émissions CO_2, ou une amélioration de performances. Inspirée de structures naturelles, telle que les peaux de requin (cf., figure 1), cette technologie vise à conférer aux matériaux des structures périodiques en surface (cf., figure 2), modifiant l'écoulement fluide au niveau de la paroi, réduisant ainsi les frottements hydrodynamiques. La conception optimale des surfaces texturées, la prise en compte des différents régimes d'écoulement et la durabilité de ces structures en conditions réelles constituent des défis scientifiques importants que Michelin vise à relever.

Références
[1] Xia Pu, Guangji Li, Hanlu Huang; Preparation, anti-biofouling and drag-reduction properties of a biomimetic shark skin surface. DOI: https://doi.org/10.1242/bio.016899
[2] Johannes Oeffner, George V. Lauder; The hydrodynamic function of shark skin and two biomimetic applications. DOI: https://doi.org/10.1242/jeb.063040



Structures en arêtes de la peau de requin [1].



Matériau silicone texturé en motif arêtes [2].

Conférence invitée

RESICARE : DÉVELOPPEMENT D'UNE TECHNOLOGIE PHÉNOLIQUE SANS FORMALDÉHYDE

D. Doisneau
ResiCare, Michelin Engineered Polymers, 3 rue de la Charme, 63100 Clermont-Ferrand (France)

ResiCare, qui fait partie du groupe Michelin, développe des solutions adhésives dans le but de créer une industrie durable et compétitive. Grâce à sa recherche et à son innovation, ResiCare valorise son expertise dans les polymères phénoliques et la chimie verte en déployant de nouvelles activités au-delà du pneumatique. La présentation éclairera, l'identité de ResiCare, l'émergence de sa technologie phénolique sans formaldéhyde et ses domaines d'application.

PROTEIN FIBRILLATION AND SURFACE ADHESION: INSIGHTS FROM BARNACLE-INSPIRED ADHESIVE PROTEINS

Z. Khalil[1], C. Picot[2], M. Weidenhaupt[1], F. Bruckert[1], O. Gallet[2], R. Angiel[2], C. Vendrely[1]
[1] Grenoble-INP Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes, LMGP, F-38000 Grenoble, France
[2] Cy Cergy Paris University, ERRMECE, I-Mat (FD4122), F-95000 Neuville Sur Oise, France

In the field of adhesives, current synthetic options are problematic. Their weak mechanical strength, particularly in biomaterials applications, raises concerns. These concerns extend beyond toxicity to include their performance in wet environments. Our research seeks to develop adhesive products inspired by organic adhesion mechanisms found in particular arthropods, such as barnacles [1]. Barnacle proteins have unique surface self-assembly capabilities via amyloid fiber formation, allowing them to adhere to various surfaces with different characteristics, including roughness, porosity, and hydrophobicity. Our research aims to further elucidate how surface variables such as chemical, and physical characteristics impact adhesive protein auto-assembly and fibrillation. We specifically investigate synthetic recombinant protein models, such as the M19 inspired by the *Megabalanus Rosa* cement protein previously discovered and researched for its function in the adhesion process [2]. We study the fiber formation and the adsorption, of the recombinant protein in contact to different surfaces using advanced methods like fluorescence spectroscopy, atomic force microscopy, and biochemical approaches such as enzyme-linked immunosorbent test (ELISA). Our findings show that variations in surface substrate influence the assembly process, leading to differences in both fibrillation and the adsorption of adhesive protein. Our research helps to understand the complex relationship between protein surface adhesion and protein self-assembly process.

Key Words: Natural adhesives, Biomaterials, Self-assembly, Adsorption

Références

[1] D. K. Burden, D. E. Barlow, C. M. Spillmann, B. Orihuela, D. Rittschof, R. K. Everett, and K. J. Wahl, "Barnacle Balanus amphitrite adheres by a stepwise cementing process," Langmuir, vol. 28, no. 37, pp. 13364-13372, 2012. [Online]. Available: https://doi.org/10.1021/la301695m. [2] K. Gan, C. Liang, X. Bi, J. Wu, Z. Ye, W. Wu, and B. Hu, "Adhesive Materials Inspired by Barnacle Underwater Adhesion: Biological Principles and Biomimetic Designs," Frontiers in Bioengineering and Biotechnology, vol. 10, Frontiers Media S.A, 2022. [Online]. Available: https://doi.org/10.3389/fbioe.2022.870445.

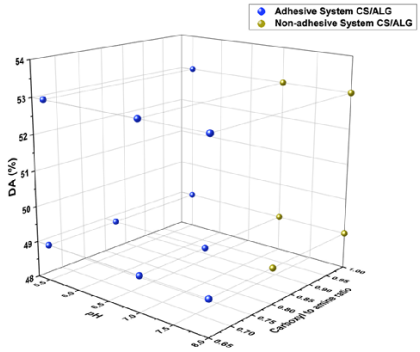
POLYELECTROLYTE ASSOCIATION OF NATURAL POLYMERS AND NANOPARTICLES FOR HYBRID ADHESIVE HYDROGELS

E-R. Dodé, A. Montembault, G. Sudre
Université Claude Bernard Lyon 1, UMR 5223, CNRS, Insa Lyon, Université Jean Monnet, Ingénierie Des Matériaux Polymères, France. 15 Boulevard André Latarjet, 69622 Villeurbanne, France. - Villeurbanne (France)

Traditional wound closure methods, like suturing or stapling, present certain limitations: use of anesthetics, inability to stop fluid flow, potential tissue alteration leading to inflammation or infection.[1] Some biomedical adhesives can offer biocompatible and bioresorbable alternatives. Chitosan is well-known for its biocompatibility, bioresorbability, hemostatic properties and antibacterial qualities.[2] Other polysaccharides (e.g. alginates) have already shown interesting results in the development of composite materials for medical applications.[3,4] Unlike prior research that entails altering the polymer structure[2,5] – potentially impacting the material's biocompatibility – our approach suggests development of biomedical adhesives from biomass resources without any chemical modification. Our systems are produced via polyelectrolyte complexation of chitosan and alginate, which excludes water by obtaining a polymer-rich phase. First, chitosan and alginate solutions of high ionic strength were prepared and then mixed into a homogenous solution. A gradual reduction in charge screening is achieved through dialysis, resulting in a controlled formation of interpolymer interactions. Thus, physical hydrogels based on complexes of a host polymer (chitosan) and a guest polymer (alginate) were formulated through the variation of several parameters including degree of acetylation (DA) of chitosan, proportion of the two polysaccharides and dialysis conditions. Different methods have been investigated to enhance material properties, including the integration of nanofillers like chitin nanofibrils and Fe_3O_4 nanoparticles, as well as the utilization of divalent ions. Mechanical properties of the hydrogels were evaluated by rheology and probe-tack adhesion tests were conducted in air and under immersed conditions. Distinct patterns were discerned in the characteristics of these materials, e.g. material adhesiveness improved by decreasing the ratio between carboxyl groups of alginate and amine functions of chitosan or magnetic properties can be added without affecting adhesion. In conclusion, obtaining adhesive hydrogels with deformation properties tailored to the desired applications is the result of a balance between the different formulation parameters.

Références

[1] Moreira, M. E.; Markovchick, V. J. Emerg. Med. Clin. North Am. 2007, 25 (3), 873–899.
[2] Han, W.; Zhou, B.; Yang, K.; et al. Bioact. Mater. 2020, 5 (4), 768–778.
[3] Huang, H.; Chen, H.; Wang, X.; et al. ACS Biomater. Sci. Eng. 2019, 5 (10), 5498–5505.
[4] Zhai, Z.; Xu, K.; Mei, L.; et al. Soft Matter 2019, 15 (42), 8603–8610.
[5] Almeida, A. C.; Vale, A. C.; Reis, R. L.; Alves, N. M. Int. J. Biol. Macromol. 2020, 157, 119–134.



Adhesiveness of CS-ALG systems

LA CHIMIE DE SURFACE PEUT ELLE CONTRÔLER L'ADHÉRENCE ET L'ÉTALEMENT DE CELLULES OSTÉOBLASTES ?

A. Ponche, T. Petithory, H. Salapare Iii, L. Pieuchot, K. Anselme
Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M) - Mulhouse (France)

La réponse des cellules à la surface des matériaux utilisés pour les implants peut être comprise en examinant les propriétés physico-chimiques de ces surfaces et en réalisant des études biologiques dynamiques. Ces connaissances peuvent nous aider à mieux comprendre les déficiences osseuses dues à des pathologies telles que l'ostéoporose dans les pays développés [1].
En 2017, l'équipe allemande de B. Nebe a mis en évidence que la chimie de surface riche en fonction amine d'un polymère plasma pouvait écranter la lecture de la topographie par des cellules ostéoblastes MG-63 [2].
Pour mieux comprendre ce phénomène, nous avons observé l'étalement et la migration de cellules ostéoblastes sur des monocouches auto-assemblées possédant une chimie de surface contrôlée. Les surfaces ont été préparées en fabriquant des monocouches auto-assemblées (SAM) avec différentes densités de fonctions méthyles et amines sur des substrats de silicium à l'aide d'un protocole qui utilise des silanes possédant une terminaison bromée, la substitution SN2 du brome en azide et la réduction de l'azide en amine [3]. Les surfaces résultantes ont été caractérisées par des mesures de mouillabilité et par spectroscopie de photoélectrons induits par rayons X. Des expériences d'imagerie de cellules vivantes ont été réalisées sur les monocouches autoassemblées en marquant des cellules MG-63 avec des sondes fluorescentes. Les cellules ont été inoculées sur la surface et observées jusqu'à 16,5 heures à l'aide d'un microscope confocal LSM800.
Les caractérisations physico-chimiques ont confirmé la présence de monocouches auto-assemblées sur les substrats de silicium avec des ratios bien définis de groupes méthyl- et amine-terminaux. Le comportement d'étalement des cellules et leur migration plus lente sur les SAMs avec des groupes amines plus élevés sont confirmés par l'expérience d'imagerie de cellules vivantes. Ces résultats confirment le rôle important des groupes amine sur la réactivité des cellules sur les surfaces des implants.

Références
[1] C. Hu et al., Biomater., 219, 119366 (2016).
[2] C. Mörke et al., ACS App. Mater. Interface., 9, 10461 (2017).
[3] J. Böhmler et al., ACS Appl. Mater. Interface., 5, 10478 (2013).

Remerciements
Ces études ont été réalisées dans le cadre de l'ANR internationale "Aminocoat" (DFG/ANR-20-CE92-0032)

Conférence invitée

LE RÔLE DES SURFACES DANS LA DURABILITÉ DES MATÉRIAUX MÉTALLIQUES ET L'APPORT DE LA CARACTÉRISATION CHIMIQUE ET STRUCTURALE DU NANO AU MACRO, COUPLÉE À LA MODÉLISATION

P. Marcus
Université PSL, CNRS-Chimie ParisTech, Institut de Recherche de Chimie Paris, Groupe de Recherche de Physico-Chimie des Surfaces, Paris, France
philippe.marcus@chimieparistech.psl.eu

La dégradation des matériaux métalliques en interaction avec l'environnement (phénomènes de corrosion) a un coût annuel qui dépasse 3,5% du PIB, soit près de 100 milliards d'Euros en France et 3500 milliards de dollars dans le monde.
La réaction chimique responsable de la corrosion des matériaux métalliques en usage dans de nombreux secteurs industriels (pipelines transportant le pétrole, conduites de gaz, moyens de transport automobiles, ferroviaires, aériens, industrie de production d'électricité, industrie électronique, infrastructures routières), se produit à la surface des matériaux.
Maîtriser ces phénomènes, afin d'augmenter la durabilité des matériaux, nécessite une meilleure compréhension des mécanismes de corrosion et de protection, et cela à une échelle fine car les phénomènes de corrosion s'amorcent sur la surface à l'échelle atomique ou nanométrique, puis se propagent jusqu'à l'échelle macroscopique. Ainsi la caractérisation chimique et structurale des surfaces joue un rôle clé dans les recherches sur la corrosion et la protection contre la corrosion.

Dans cette conférence une approche de type « science des surfaces » de la corrosion sera présentée. Les exemples choisis porteront sur la passivation des métaux et alliages, le dépôt de couches d'oxydes, et l'utilisation de molécules organiques comme inhibiteurs de la corrosion. L'accent sera mis sur l'apport des spectroscopies de surface (XPS et ToF-SIMS) et de la microscopie à effet tunnel (STM), couplées à des mesures électrochimiques et à la modélisation par DFT.

NEW INSIGHTS AND INNOVATIVE TECHNOLOGIES FOR METAL SURFACE TREATMENT FOR ALUMINUM-TO-ALUMINUM ADHESIVE BONDING

J. Layec[1], M.P. Labeau[1], P. Moreau[1], F. Ansart[2], S. Duluard[2], V. Turq[2], M. Aufray[2]
[1] *SYENSQO - Aubervilliers (France)*
[2] *CIRIMAT - Toulouse (France)*

The use of aluminum in automotive has drastically increased in the past decade and is expected to keep growing. The resulting lightweighting allows to improve fuel efficiency of combustion engine cars and increased range of EVs and to reduce greenhouse gas emissions of vehicles throughout their entire service life. In addition, aluminum is more recyclable than steel it is substituted for.

This increase of aluminum use goes along with an increase in adhesive bonding as joining technology, which offers additional advantages over traditional fasteners and spot welding, such as further weight savings, better stress distribution, improved fatigue resistance, an enhanced body stiffness, absence of galvanic corrosion because adhesive beads avoid direct metal-to-metal contact, and a reduction in noises and vibrations (NVH). Along the years, several technologies have been developed to treat aluminum prior to bonding to guarantee the bond durability required in automotive structural bonding. There is one technology in particular, based on organo-phosphorous ingredients which systematically passes the most challenging performance test, the Ford Bond Durability Stress Test.

The presentation will be focused on the comparison of two major surface treatments in use today (organo-phosphorous as bonding layer and hexafluorides as inorganic conversion coating) and aims at investigating why performances differ. For this purpose, several techniques are used to study the morphology and composition of layers formed on the metal (TEM-FIB, TEM-ARM, XPS) as well as the reactivity of the molecules involved (IR, NMR). Various mechanical tests (single lap shear test and Ford bond durability stress test) are used to assess bonding performances and in particular bond durability upon ageing. Differences in performance (morphology and composition) will be explained in the light of the characteristics of the treatment carried out, whether organic bonding layer or inorganic conversion coating. Finally, we will present the latest results obtained with innovative adhesion promoters, produced from renewable raw materials and P-free and show performances through two mechanical tests presented previously (single lap shear test after ageing and Ford bond durability stress test).

DÉMONTABILITÉ D'ASSEMBLAGES COLLÉS PAR APPLICATION D'UN COURANT ÉLECTRIQUE

C. Faure[1], S. Kirchner[1], J. Lecomte[1], L. Ferres[1], B. Doll[2], A. Fraysse[3], S. Couarraze[4]
[1] *IRT Saint Exupéry - Talence (France)*
[2] *Thalès Alenia Space - Cannes (France)*
[3] *Actia Automotive - Toulouse (France)*
[4] *Continental - Toulouse (France)*

Le collage est une technologie de choix pour les assemblages multi-matériaux, du fait de son rôle dans l'allègement des structures et des composants et d'une bonne répartition des contraintes mécaniques. Il s'agit d'une technologie aujourd'hui largement mise en œuvre dans de nombreuses industries telles que l'automobile ou le spatial. L'adhésif se doit de plus en plus d'être multi-fonctionnel : outre la tenue mécanique, il peut assurer l'étanchéité (à l'eau, à l'air), doit résister aux sollicitations thermiques, vibratoires, parfois possède également des fonctions de conduction thermique et/ou électrique, de résistance à la corrosion, aux UV... Il s'agit donc d'un produit complexe. La démontabilité à la demande d'un collage est un besoin de plus en plus important chez bon nombre d'industriels et de leurs clients, afin de répondre aux enjeux de l'économie circulaire. La fonction de démontabilité d'un assemblage collé peut permettre, par exemple, la réutilisation de pièces, la maintenance et la réparabilité de produits (remplacement de pièces à durée de vie faible), ainsi que le recyclage en permettant la séparation des matériaux. Certaines solutions sont présentées dans la littérature ou disponibles commercialement mais leur utilisation à grande échelle dans l'industrie n'est pas encore intégrée. La fonction « démontabilité » peut être ajoutée via des additifs dans la matrice ou en modifiant celle-ci de manière intrinsèque. En effet, les verrous techniques sont nombreux : modification des adhésifs sans dégradation des propriétés en service, contrôle du processus de décollage, y compris en vieillissement, et impact financier maîtrisé. De plus, il n'est pas possible de proposer une solution « clef en main » qui puisse répondre à tous les cas d'application.
Dans les travaux présentés, le focus est réalisé sur le décollage par application d'un courant électrique [1][2]. La fonction démontabilité a été ajoutée dans la colle via l'intégration d'espèces ioniques (sels, liquides ioniques, polymère transporteur d'ions). Les matériaux spécifiques considérés pour ce trigger sont les métaux. L'étude porte sur la compréhension des phénomènes de décollage et l'influence des paramètres procédé (intensité, tension, durée d'application) et de formulation (nature de l'adhésif).

Références

[1] S. Leijonmarck, A. Cornell, C.-O. Danielsson, T. Åkermark, B. D. Brandner, et G. Lindbergh, « Electrolytically assisted debonding of adhesives: An experimental investigation », Int. J. Adhes. Adhes., vol. 32, p. 39-45, janv. 2012, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2011.09.003.
[2] J. Jeong, « A review on electrically debonding Adhesives », Adhes. Interface, vol. 19, no 2, p. 84-94, juin 2018, doi: 10.17702/JAI.2018.19.2.84.

Conférence invitée

PROPAGATION SOUS CRITIQUE DE FISSURE DANS UN POLYMERE VITREUX : STICK-SLIP VS PROPAGATION CONTINUE

M. George
Laboratoire Charles Coulomb (L2C), Université de Montpellier, CNRS Montpellier, France

Le phénomène dit de « stick-slip », qui se caractérise par la rupture d'un matériau par des étapes répétées de propagation rapide puis d'arrêt d'une fissure, est un phénomène important pour comprendre le décollement d'une grande partie des colles et adhésifs. Dans cette présentation nous ferons le lien entre ce phénomène et la propagation en mode stationnaire d'une fissure dans un polymère vitreux.

Un dispositif de suivi par AFM de la pointe d'une fissure dans un matériau sollicité en géométrie DCDC (Double Cleavage Drill Compression), initialement développée pour l'étude la corrosion sous contrainte de verres d'oxyde, permet, après analyse en corrélation d'image (DIC), la détermination expérimentale in situ des champs de déformation dans le voisinage micrométrique d'une fissure unique en cours de propagation.

Ce type d'études, réalisées sur des polymères vitreux tels qu'une résine époxy d'une part et le PMMA d'autre part, a permis de mettre en évidence, pour la première fois, un régime de propagation de fissure sous-critique dans une résine époxy (avec des vitesses d'avancée de l'ordre du pm/s) ayant lieu lors de la phase dite d'arrêt (« stick ») et de montrer les grandes différences d'extension et de manifestation des déformations plastiques en pointe de fissure dans les deux matériaux.

Ces mesures seront utilisées pour discuter des comportements en fracture spécifiques des 2 types de matériaux et notamment de l'apparition du phénomène de « stick-slip » à des gammes de taux de chargement très différentes : « usuelles » pour la résine époxy et « grandes » pour le PMMA.

BRIDGING CHEMISTRY, PHYSICS AND MECHANICS: UNDERSTANDING HOW BLADES DAMAGE CHEMICAL BONDS IN SOFT MATERIALS

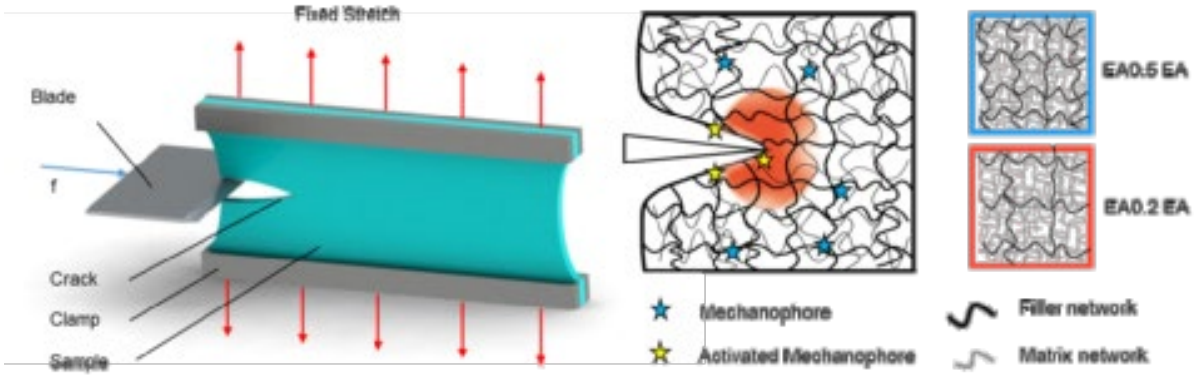
D. Zhao, A. Cartier, T. Narita, M. Ciccotti, C. Creton
Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, ESPCI Paris, PSL University - Paris (France)

Rubbers and elastomers are soft materials that have been used in various applications, thanks to their large deformability. Understanding how these soft solids are damaged under deformation is a critical requirement, either to prevent undesired damage and material failure or to damage them in a controlled manner for processing. For a thorough understanding of the underlying physical mechanisms of the fracture behavior, interdisciplinary collaborations between materials science, mechanics, and physics are necessary. In this work, we studied the fracture behavior of a model tough elastomer at a more profound microscopic level based on double-network elastomers during cutting.

A blade-cutting setup adapted to the confocal microscopy was developed, to detect and map the molecular damage in the damage zone near the crack tip at the advancing blade, by the fluorescent moiety caused by the scission-induced activation of mechanophore. [1,2] (Figure 1) Our research revealed that slight changes in the tensile stretch ratio significantly influence cutting energy and the overall cutting process, with an identified transition point indicating a critical mutation. Through a combination of mechanical insights, morphological analysis, quantification of damaged areas, and interfacial morphology characterization, we provide a systematic description of the entire cutting process. These findings contribute to a more comprehensive understanding of soft material behavior during cutting and offer opportunities for developing more efficient cutting methods with broad applications.

Références
[1] Sanoja G E, Morelle X P, Comtet J, et al. Why is mechanical fatigue different from toughness in elastomers? The role of damage by polymer chain scission[J]. Science advances, 2021, 7(42): eabg9410.
[2] Slootman J, Yeh C J, Millereau P, et al. A molecular interpretation of the toughness of multiple network elastomers at high temperature[J]. Proceedings of the National Academy of Sciences, 2022, 119(13): e2116127119.

Remerciements
Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, ESPCI Paris, PSL University, Paris, France



A) schematic of pure-shearing cutting experiment.

DISCUSSION SUR LES MODES DE DIFFUSION D'EAU DANS LES ASSEMBLAGES COLLÉS

M. Girard[1], A. Clement[1], B. Ndiaye[1], R. Grangeat[2], F. Jacquemin[1]
[1] *Nantes Université, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GEM UMR 6183 - Saint-Nazaire*
[2] *CESI LINEACT - Saint-Nazaire*

Dans un assemblage collé soumis à un environnement humide, la nature hydrophile de l'adhésif lui confère la capacité d'absorber l'eau abaissant alors ses propriétés mécaniques et affectant la durabilité de la structure. Afin d'estimer cette durabilité notamment pour des temps longs, il est nécessaire de caractériser expérimentalement les phénomènes diffusifs afin de proposer une modélisation pertinente dont les paramètres sont également identifiés à partir de ces mêmes observations expérimentales.
La diffusion de l'eau dans un matériau uniforme est relativement bien maitrisée. Lorsque ce même matériau est placé entre deux substrats métalliques, la cinétique de sorption est modifiée et devient souvent plus complexe que celle observée initialement sur le polymère seul. Il est en effet montré dans la littérature que l'eau diffuse plus vite dans un adhésif lorsqu'il est entre deux substrats que lorsqu'il est seul comme le montre la figure jointe extraite de (Grangeat et al., 2022).
Plusieurs théories tendant à expliquer ce constat s'affrontent dans la littérature : phénomène de capillarité à l'interface colle/substrat, phénomène de sous-réticulation de l'interphase (Aufray, 2005) ou encore un champ de contraintes hétérogène provenant des contraintes de mise en œuvre (Zanni-Deffarges & Shanahan, 1995). Ces différents modes de diffusion sont confrontés et discutés dans ces travaux.

Références

Aufray, M. (2005). Caractérisation physico-chimique des interphases époxyde-amine / oxyde ou hydroxyde métallique, et de leurs constituants. Thèse de doctorat. INSA de Lyon
Grangeat, R., Girard, M., Jacquemin, F., & Lupi, C. (2022). Method of characterizing the interphase's mean water diffusion properties of a bonded assembly in immersion. Journal of Adhesion, 98(3), 207–226. https://doi.org/10.1080/00218464.2020.1828080
Zanni-Deffarges, M. P., & Shanahan, M. E. R. (1995). Diffusion of water into an epoxy adhesive: comparison between bulk behaviour and adhesive joints. International Journal of Adhesion and Adhesives, 15(3), 137–142. https://doi.org/10.1016/0143-7496(95)91624-F

MECHANICS IN SHEAR OF PRESSURE SENSITIVE ADHESIVES (PSAS) USING VITRIMER CHEMISTRY

V. Aguilar, C. Creton, M. Ciccotti
Laboratoire SIMM, UMR 7615 - Paris (France)

Pressure sensitive adhesives (PSAs) are ubiquitous and there is already expertise on how to enhance their adhesion performances. [1] Yet the possibility of easy and controlled debonding is now of high interest for disassembly process, in the context of sustainable development. The VITRIPSA ANR project aims at synthesizing a new generation of water-based PSAs from vitrimer-like particles. After short annealing times, dynamic bond exchanges at interfaces should connect the crosslinked particles together forming a nanostructured film with good overall mechanical and adhesion properties. More extended annealing at higher temperatures can in principle provide extensive interdiffusion between nanostructured domains to reach phase randomization and de-adhesion. Hence, high-performance adhesives can be obtained with unprecedented control over the structuration and viscoelastic properties, with the possibility of heat-deactivation of the adhesion.

My approach will be focused on the characterization of the adhesive properties of these model materials, especially their resistance to shear over long times and low loads, a poorly understood property.

The first part of the presentation will be related to the new PSA dynamic system. The aim is to correlate the design of the polymer structures with adhesive properties. These types of adhesives are tested mechanically through tensile, probe tack and shear tests to evaluate their intrinsic differences.
The influence of several parameters on adhesion is studied and discussed: chemical architecture, monomer composition, overall crosslinking density…. The film elaboration process of low solid contents latex is also a key parameter to finely tune mechanical properties, including coating, drying and annealing control of waterborne films.

The second part of the presentation will be focused on PSAs deformation and failure under shear loading. PSAs are often studied through peel, shear and probe tack tests. Peel and probe tack have been thoroughly explored resulting in a comprehensive understanding of the failure mechanisms. [2] Shear behaviour, however, is much less analysed, since tests take significantly longer and, once failure occurs, the time scale is quite short. Nonetheless, understanding shear deformation and failure, as well as its relation to peeling and tack, is critical when designing and selecting PSAs. We will present our analyses on PSAs deformation under shear with a custom-designed lap shear testing device. A parametric study has also been completed examining how the non-linear rheology affect adhesion of PSAs under shear. [3]

Références

[1] Denissen, W.; Winne, J. M.; Du Prez, F. E. Chemical Science 2016. 7, 30–38.
[2] Creton, C.; Ciccotti, M. Report of Progress in Physics 2016. 79, 046601.
[3] Liu, Z.; Minsky, H.; Creton, C.; Ciccotti, M.; Hui, C.Y. Extreme Mechanics Letters 2019, 32, 100518.

Conférence invitée

LA VALEUR AJOUTÉE DES COLLÉS ET DES ADHÉSIFS DANS LE DÉVELOPPEMENT DURABLE

P. Pfihl
FIPEC (Fédération des Industries des Peintures, Encres, Couleurs, Colles et adhésifs, Résines), Paris (France)

La diversité des applications des colles et adhésifs ainsi que la qualité des produits offrent des perspectives de marché qui s'annoncent favorables. Ces produits accompagnent les stratégies de développement durable dans les secteurs de l'automobile, de l'aéronautique, du ferroviaire et de la construction, notamment en allégeant les poids et en améliorant les rendements énergétiques.

Il est primordial que tous les acteurs de la chaine de valeur prennent conscience des bouleversements liés aux évolutions règlementaires annoncées et que le secteur se mobilise pour apporter des solutions concrètes aux enjeux de développement durable.

Face à ces nouveaux défis, dans le cadre de la normalisation, comment les colles et des adhésifs pourraient contribuer à réduire l'impact environnemental au quotidien ?
Au cours de cet échange, il sera aussi nécessaire d'appréhender les questions relatives au réemploi et au recyclage des supports sur lesquels les colles et adhésifs sont appliqués, et comment la normalisation pourrait être vecteur dans ce domaine.

DEBONDING MECHANISMS OF PSA FOAM TAPES

M. Ciccotti[1], A. Flaury[1], B. Bresson[1], E. Barthel[1], C. Creton[1], C.Y. Hui[2], E. Desnoux[3]
[1] ESPCI Paris PSL - Paris (France)
[2] Cornell University - Ithaca (United States)
[3] Renault - Guyancourt (France)

We investigate the origins for the very large adherence of foam tapes and their peculiar mechanisms of debonding by combining instrumented peeling tests [1] with optical imaging of the debonding region and scanning electron microscopy imaging of the damage mechanisms. The main finding is that the exceptional performance of these foam tapes is driven by the presence of a dense array of microscopic hollow spheres that debond from the soft and dissipative adhesive matrix during peeling. This allows the tape to be very stiff and incompressible during holding conditions, while converting to a soft dissipative and compressible foam under critical solicitations. The loss of constraint due to the development of such a diffused damage by local cavitation around the microspheres is responsible for the development of large dissipative strains through the whole large thickness of these tapes as well as exceptional release of stress concentration [2].

Références

[1] R. Villey, P.-P. Cortet, C. Creton and M. Ciccotti, International Journal of Fracture, 2017, 204, 175–190
[2] Fleury, PhD thesis, Université PSL, Paris, France, 2019.

Remerciements

We thank Renault for funding this work together with ANRT, and 3M for interesting discussions about foam tapes.

ADHÉSIFS SENSIBLES À LA PRESSION IGNIFUGES

V. Leon, C. Fröhling, S. Theisen, R. Schuldais
Lohmann Gmbh & Co. Kg - Neuwied (Germany)

Ce qui vient naturellement à l'esprit lorsqu'on parle d'ignifugation, c'est la résistance à la combustion des matériaux utilisés pour la construction, ou dans les transports, ou encore les industries textiles, avec la modification de matériaux manufacturés comme les polymères synthétiques ou de matériaux naturels, comme le bois par exemple. Les objets fabriqués à partir de ces matériaux sont généralement massifs et leur combustion peut entraîner une destruction catastrophique et l'émission d'une grande quantité de fumées toxiques. Il est donc naturel de se concentrer sur la protection de ces matériaux.
Néanmoins, un objet final, ou une structure de construction, est la plupart du temps un assemblage de plusieurs objets plus petits, qui sont liés entre eux par différents moyens : cela peut être à l'aide de rivets mécaniques, ou de techniques de soudure, mais aussi de systèmes adhésifs. Ce dernier aspect fait l'objet de cette présentation, car il peut avoir un impact direct sur l'inflammabilité de l'ensemble de la construction. En effet, le caractère ignifuge des joints a été longtemps négligé, alors qu'ils peuvent être le talon d'Achille d'une construction globale en étant alimentateur de feu. La liste des colles et systèmes adhésifs est très longue, des naturelles aux synthétiques, et se retrouve en détail dans de nombreux ouvrages de référence. Il serait inutile de détailler spécifiquement les systèmes ignifuges pour chacun d'entre eux, d'autant qu'il y a des tendances.
Dans cette présentation, l'attention sera particulièrement portée sur les adhésifs sensibles à la pression, qui doivent conserver leurs propriétés d'adhésion d'origine tout en combinant un caractère ignifuge.[1] Il est bien connu que plus on ajoute des charges, moins la force d'adhérence est importante. Le défi est de sélectionner les additifs appropriés qui soient non seulement efficaces dans leur rôle ignifuge, mais également apparaître pour de faibles charges (pour une question de coût également).[2] De plus, la durabilité étant aujourd'hui une tendance incontournable dans l'industrie des matériaux, de nouveaux composés doivent être trouvés afin de respecter les nouvelles réglementations.[3] L'attention est également portée aux spécificités des additifs ignifuges en fonction des systèmes adhésifs considérés, et une brève introduction des normes les plus courantes est donnée.

Références

[1] Hupp, V. et al. (2024) "Fire behavior of pressure-sensitive adhesive tapes and bonded materials" Fire and Materials, 48 (1), 114-127
[2] Son, M. et al. (2023) "Phosphorus-based flame retardant acrylic pressure sensitive adhesives with superior peel strength and transfer characteristics" Progress in Organic Coatings, 185, 107931
[3] "Commission Regulation (EU) 2019/2021 of 1 October 2019 laying down ecodesign for electronic displays pursuant to Directive 2009/125/EC of the European Parliament and of the Council" (2019) Official Journal of the European Union, 62(L315), 241–266

ÉTUDE DU DÉCOLLEMENT D'UNE FIBRILLE MICROSCOPIQUE DE POLYMÈRE VISCOÉLASTIQUE

S. Berland[1], P.P. Cortet[2], P. Roger[3], H. Salmi[3], C. Poulard[4]
[1] LPS, FAST, ICMMO, CNRS & Université Paris-Saclay - Orsay (France)
[2] FAST, CNRS & Université Paris-Saclay - Orsay (France)
[3] ICMMO, CNRS & Université Paris-Saclay - Orsay (France)
[4] LPS, CNRS & Université Paris-Saclay - Orsay (France)

La prédiction quantitative de la force d'adhésion des rubans adhésifs de polymères viscoélastiques est un problème ardu, à la frontière entre mécanique de la rupture, rhéologie des matériaux et physico-chimie des polymères. Lors du décollement d'un tel adhésif, le déconfinement de la couche fine de matière adhésive conduit le plus souvent à un processus de cavitation ou de digitation du front de décollement. Le scénario se poursuit alors par la création de fibrilles microscopiques de matière adhésive, suivi de leur étirement jusqu'à leur décollement. Un élément théorique clé manque actuellement pour construire un modèle prédictif de la force d'adhésion de ces adhésifs : c'est la compréhension du critère de détachement individuel des fibrilles.
Pour comprendre ce critère, nous mettons en contact une couche d'adhésif avec un plot cylindrique de taille micrométrique avant de les séparer à vitesse contrôlée. Lors de cette séparation, une unique fibrille de matière adhésive, de diamètre piloté par celui du plot, est créée puis étirée jusqu'à son décollement. Nous avons exploré l'influence sur le décollement de la fibrille du diamètre du plot, de la vitesse de séparation ainsi que des propriétés de surface du plot que nous contrôlons par des procédés chimiques.
Ces résultats, complétés d'une étude où la rhéologie de l'adhésif sera variée, pourront nous l'espérons, nous permettre d'identifier des lois robustes pour le décollement des fibrilles de matière adhésive viscoélastique et d'en révéler le sens physique. Une telle découverte constituerait un pas important dans la construction d'un modèle prédictif pour les rubans adhésifs de polymères viscoélastiques.

Références
A. Duigou-Majumdar, P-P. Cortet and C. Poulard, Soft Matter, 2015, 11, 3480
R. Villey et al., Soft Matter, 2015, 11, 3480

SESSION AFFICHES

AMÉLIORATION DE L'ADHÉSION POUR LES ASSEMBLAGES MULTI-MATÉRIAUX VIA LE DÉPÔT DE PRÉCURSEUR PAR PROCÉDÉ PLASMA À PRESSION ATMOSPHÉRIQUE

C. Faure[1], S. Kirchner[1], J. Lecomte[1], L. Ferres[1], C. Debras[2], M. Péron[3], N. Cuvillier[4], T. Balutch[5]
[1] *IRT Saint Exupéry - Talence (France)*
[2] *Thalès Alenia Space - Cannes (France)*
[3] *Arianegroup - Le Haillan (France)*
[4] *Safran Composites - Itteville (France)*
[5] *Navalgroup - Bouguenais (France)*

L'assemblage par collage joue un rôle déterminant dans l'allégement de la structure et des composants dans les industries aéronautique, spatiale et navale. La préparation de surface avant collage est cruciale pour garantir la performance mécanique de ceux-ci. Elle peut être utilisée afin de texturer les surfaces et éliminer différentes contaminations mais également pour ajouter de nouvelles propriétés physico-chimiques (affinité chimique, anti-corrosion, hydrophilicité ou hydrophobicité).
Dans le cas des collages multi-matériaux, par exemple élastomère/métal, l'usage de primaires d'adhésion est souvent nécessaire. Ces primaires sont de plus en plus controversés et soumis à la réglementation REACH. Il est donc nécessaire de proposer des solutions alternatives. Dans le cas de matériaux organiques (composites, plastiques, élastomères), il existe peu de préparations de surface permettant de fonctionnaliser efficacement sans endommager le matériau. Le traitement plasma à pression atmosphérique est une des techniques les plus avancées en termes d'automatisation et de robustesse du procédé. Le principal inconvénient de ce type de traitement est la faible durée de vie de cette modification de surface, qui est rarement compétitive par rapport à la durée de vie d'un primaire. Cependant, les dépôts de précurseur par plasma à pression atmosphérique sont une innovation radicale et alternative qui permettent de réaliser une fine couche polymère sur la surface, créant ainsi une nouvelle interface. Cette technologie permet une grande diversité de dépôts selon la nature du précurseur utilisé et permettrait une amélioration de l'adhésion sur un temps ouvert plus long [1],[2].
Dans ces travaux, les matériaux spécifiques sont des élastomères assemblés sur des surfaces métalliques (acier, aluminium). L'étude porte sur l'influence des différents paramètres de dépôt de précurseur par plasma (puissance, débit, distance, nature du précurseur, etc.) appliqué sur le matériau élastomère avec pour objectif l'augmentation de la force d'adhésion. Celle-ci dépend fortement de l'affinité chimique entre les différentes interfaces. Les collages sont caractérisés via des essais mécaniques de pelage notamment afin de comparer l'apport de ce type de préparation de surface et de la comparer avec les références primaires.

Références

[1] J. Petersen et al., « Enhanced Adhesion over Aluminum Solid Substrates by Controlled Atmospheric Plasma Deposition of Amine-Rich Primers », ACS Appl. Mater. Interfaces, vol. 4, no 2, p. 1072-1079, févr. 2012, doi: 10.1021/am201699a
[2] R. Múgica-Vidal, F. Alba-Elías, E. Sainz-García, et A. González-Marcos, « Reducing friction on glass substrates by atmospheric plasma-polymerization of APTES », Surf. Coat. Technol., vol. 309, p. 1062-1071, janv. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.10.030.

STUDY OF THE SURFACE FUNCTIONALIZATION OF COMPOSITE SUBSTRATES BY PLASMA POLYMERIZATION TO PRODUCE COMPOSITE-ELASTOMER ASSEMBLIES

M. Ezzehar, C. Esteve, A. Airoudj, G. Schrodj, V. Roucoules, F. Bally-Le Gall
IS2M, UMR 7361 CNRS, Université de Haute-Alsace - Mulhouse (France)

The conventional approach to improve adhesion between composite materials and elastomer often requires the use of solvent-based adhesion primers, containing dangerous substances classified as CMR (carcinogenic, mutagenic and reprotoxic). Motivated by the search for more environmentally-friendly practices, and in compliance with REACH regulations, an environmentally-friendly surface functionalization strategy has been developed. Plasma polymerization, a solvent-free technique for functionalizing surfaces [1] [2], has been identified as a promising alternative to the use of adhesion primers.
Indeed, it has already been demonstrated that plasma polymerization can improve adhesion between different materials such as metal and elastomer [3] [4] [5].
The aim of this study is to apply this technology to adhesion between composite materials and elastomers. For this reason, we are developing a plasma polymerization functionalization method that generates functional groups able to react with rubber, creating covalent bonds between substrate and rubber during crosslinking. More precisely, plasma polymers containing anhydride groups have been deposited on composite substrates and post-modified by aminolysis in vapor phase to graft alkene groups. Surface functionalization has been characterized by FTIR-ATR and contact angle measurements, and adhesion properties by a 90° peel test with a dynamometer. In addition to improving adhesion between these two materials, this study aims at better understanding the influence of different plasma polymerization functionalization parameters on adhesion performances.

Références

[1] J. Carneiro de Oliveira, M. de Meireles Brioude, A. Airoudj, F. Bally-Le Gall, et V. Roucoules, « Plasma polymerization in the design of new materials: looking through the lens of maleic anhydride plasma polymers », Mater. Today Chem., vol. 23, p. 100646, mars 2022, doi: 10.1016/j.mtchem.2021.100646.
[2] A. Airoudj, G. Schrodj, M.-F. Vallat, P. Fioux, et V. Roucoules, « Influence of plasma duty cycle during plasma polymerization in adhesive bonding », Int. J. Adhes. Adhes., vol. 31, no 6, p. 498-506, sept. 2011, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2011.05.003.
[3] J. Petersen et al., « Enhanced Adhesion over Aluminum Solid Substrates by Controlled Atmospheric Plasma Deposition of Amine-Rich Primers », ACS Appl. Mater. Interfaces, vol. 4, no 2, p. 1072-1079, févr. 2012, doi: 10.1021/am201699a.
[4] V. Roucoules, F. Siffer, A. Ponche, U. Egurrola, et M.-F. Vallat, « Strengthening the Junction Between EPDM and Aluminium Substrate via Plasma Polymerisation », J. Adhes., vol. 83, no 10, p. 875-895, nov. 2007, doi: 10.1080/00218460701699732.
[5] M. Ji, L. Benyahia, et F. Poncin-Epaillard, « Plasma polymer for enhancing adhesion bonds of a metal/elastomer assembly », Plasma Process. Polym., vol. 18, no 9, p. 2100035, sept. 2021, doi: 10.1002/ppap.202100035.

Remerciements

First of all, I would like to thank my supervisors, Dr.Florence Bally - Le Gall, Dr.Aissam Airoudj and Dr.Vincent Roucoules. I would also like to thank everyone at the Institut de Science des Matériaux de Mulhouse for their support and help.

PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES D'ADHÉSIFS A BASE D'ÉPOXY POUR LES COMPOSITES

M. Araujo Da Silva
Michelin - Clermont-Ferrand (France)

Michelin a acquis une expertise unique dans l'agencement des matériaux depuis 130 ans. Le pneu est un parfait exemple de produit composite flexible d'une grande complexité qui combine plus de composants qu'un téléphone portable. Aujourd'hui le groupe se diversifie « autour du pneu » mais aussi « au-delà du pneu » avec les tissus enduits, les convoyeurs, les structures gonflables pour répondre à des besoins dans des domaines industriels variés : transport, agriculture, santé…
Afin de concevoir des assemblages composites de plus en plus complexes et de répondre aux enjeux techniques et écologiques de demain, Michelin étudie de nouvelles interfaces et l'utilisation d'adhésifs tels que des résines époxydes.
Les adhésifs époxy sont des résines thermodurcissables utilisées, comme solutions d'assemblages structuraux et présentent de nombreux avantages, tels que leur résistance mécanique, l'adhésion avec de multiples substrats.... Cependant, elles présentent une structure très réticulée, avec peu de déformation plastique, conduisant à une mauvaise résistance à la propagation de fissures. Des méthodes d'introduction d'une deuxième phase polymère, aussi appelé 'toughener's', dans la matrice époxy, sont des moyens pour améliorer la ténacité de ces résines [1].
Afin de maitriser le dépôt et les performances de ces adhésifs, les lois de cuisson et la viscosité sont des paramètres importants à comprendre et maîtriser. En effet, la viscosité permettra de piloter l'épaisseur de joint d'adhésif, tandis que les temps et températures de réticulation permettront de maitriser les propriétés mécaniques mais aussi les propriétés d'adhésion. Le poster présentera sur la base de formules modèles, la formulation et les caractérisations de ces adhésifs.

Références

[1] U. Farooq, J. Teuwen, et C. Dransfeld, « Toughening of Epoxy Systems with Interpenetrating Polymer Network (IPN): A Review », Polymers, vol. 12, no 9, Art. no 9, sept. 2020, doi: 10.3390/polym12091908.

DURABILITÉ DES INTERFACES COLLÉS - FATIGUE ET FISSURATION SOUS CRITIQUE APPROCHE STEADY STATE

J. Jumel
IRDL / ENSTA Bretagne, Brest (France)

Pour assurer une conception robuste d'un assemblage collé la méthode de tolérance aux dommages peut être utilisées. Elle consiste à étudier les conditions de propagation stable d'une décohésion pour prédire la durée ou le nombre de cycles nécessaire à cette décohésion pour atteindre une taille critique qui conduit à la rupture brutale de l'assemblage. L'application de cette technique nécessite cependant de disposer de "courbes" maitresses intrinsèque de l'interface collée qui permettent de relier la cinétique de fissuration à un paramètre mécanique représentatif des conditions de l'intensité du chargement mécanique. Ainsi comportement en fatigue ou courbes de fissuration sous critique se présentent souvent sous la forme d'évolutions respectivement da/dN(\deltaG) et da.dt(G) sans que la pertinence de l'utilisation de ce paramètre énergétique G (taux de restitution d'énergie) ou encore de caractère intrinsèque de ces courbes de soient discuté. Parmi l'hypothèse sous-jacente de cette approche, le caractère auto-similaire de la propagation de fissure doit être vérifié. Partant de cette hypothèse un cadre théorique est proposé pour relier comportement rhéologique de l'interface et réponse macroscopiques de l'interface dont on discute du caractère intrinsèque.

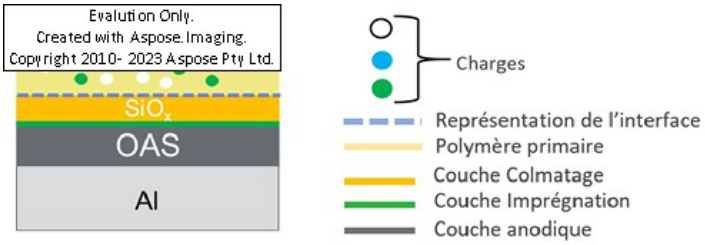
DURABILITÉ EN MILIEU AQUEUX D'UN SUBSTRAT D'ALUMINUM ANODISÉ ET COLMATE REVÊTU D'UN SYSTÈME ORGANIQUE INDUSTRIEL

M. Blanc[1], M. Aufray[2], J.C. Dupin[3]
[1] IRT-M2P / CIRIMAT / IPREM - 67120 (France)
[2] CIRIMAT - 31000 (France)
[3] IPREM - 64000 (France)

Les aluminiums sont depuis près d'un siècle un matériau de choix pour les aéronefs de par un rapport propriétés/densité parmi les plus faibles du marché. La protection contre la corrosion a fait la part belle au Chrome hexavalent [Cr(VI+)] au sein des traitements de surface et des primaires anticorrosion au cours du XXème siècle. En effet l'anodisation chromique et les primaires à base de chromates, divers et variés, sont au cœur des systèmes de protection des alliages d'aluminium[1–5], assurant notamment un processus de cicatrisation basé sur la passivation du Cr (VI+). Cependant le caractère de Cancérigène, Mutagène et Reprotoxique (CMR) de ces composés, connu depuis les années 505, a contraint les avionneurs à développer de nouvelles technologies pour les substituer dans le cadre de la réglementation REACH.
C'est dans ce contexte que Safran a industrialisé une gamme de traitement de surface en voie humide composée d'une anodisation sulfurique suivi d'une imprégnation au Cr (III) / Zr (IV). La nature poreuse des couches d'oxyde anodiques nécessite une étape de colmatage assurant la fermeture des pores, limitant ainsi les environnements acides propices à la formation de piqûres de corrosion. Le dernier bain est composé de silicates, visant à former une couche de silice amorphe bloquant la diffusion des espèces agressives.
L'objectif de cette thèse est de comprendre l'interaction des primaires, de nature époxy, avec ces nouvelles couches de traitement de surface, composées de SiO_2, ZrO_2, Cr_2O^3 et Al_2O_3, et d'établir un lien avec la notion d'adhérence. La seconde étape sera de comprendre l'évolution de ces interactions en milieu aqueux et d'établir un modèle de durabilité.
Pour répondre à cette problématique, l'approche est basée dans un premier temps sur la caractérisation indépendante des éléments d'assemblage. Ces données serviront de référence pour l'étude in-situ de l'interface primaire / traitement de surface. Ces travaux s'appuient sur une approche multi-échelles, commençant par une caractérisation macroscopique de l'adhérence par la flexion 3 points. Celle-ci est approfondie à l'échelle microscopique par la spectroscopie Raman et infrarouge d'une part et atomique par la spectrométrie photoélectronique X (XPS en anglais) et la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) de l'autre afin de caractériser la réactivité et l'évolution de l'adhérence des systèmes époxy avec ces nouveaux traitements de surface.

Références

1. Kendig M, Jeanjaquet S, Addison R, Waldrop J. Role of hexavalent chromium in the inhibition of corrosion of aluminum alloys. Surface and Coatings Technology. 2001;140(1):58-66.
2. Birbilis N, Hinton B. Corrosion and corrosion protection of aluminium. In: Fundamentals of Aluminium Metallurgy. Elsevier; 2011:574-604.
3. Yerokhin A, Khan RHU. Anodising of light alloys. In: Surface Engineering of Light Alloys. 2010.
4. Ebnesajjad S, Ebnesajjad CF. Surface Treatment of Materials for Adhesive Bonding Surface Treatment of Materials for Adhesive Bonding. (Ebnesajjad S, Ebnesajjad CF, eds.). Elsevier; 2014.
5. Costa M. Toxicity and Carcinogenicity of Cr(VI) in Animal Models and Humans. Critical Reviews in Toxicology. 1997;27(5):431-442.



Schématisation du système primaire / substrat

INTERPHASE POLYMÈRE-MÉTAL DANS LES SYSTÈMES COLLÉS POUR APPLICATIONS EN AÉRONAUTIQUE

A. Dubernard, C. Drouet, M. Aufray
Cirimat - Toulouse (France)

Le projet ANR AMETIST pour Amine-METal Interphase in epoxy adhesive SysTems, a pour objectif l'approfondissement des connaissances scientifiques dans le domaine des interphases. Ce dernier réunit différents organismes, trois laboratoires et une entreprise, que sont le CIRIMAT (Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux), laboratoire porteur du projet AMETIST, l'ICGM (Institut Charles Gerhardt Montpellier), l'ICA (Institut Clément Ader) et enfin l'entreprise Safran Aircraft Engine. En raison de leurs propriétés, les systèmes collés se démocratisent et deviennent une réelle alternative aux assemblages mécaniques dans différentes applications industrielles. Il existe différentes familles de polymères utilisés dans les systèmes collés. Ce projet se concentrera sur les systèmes époxyde-amine, adhésifs très utilisés industriellement. L'étude se place dans un contexte de maîtrise de l'interphase.

Ces objectifs se concentreront sur la compréhension des interactions moléculaires menant à l'adhésion dans les systèmes époxyde-amine/métal. Le système modèle choisi est un système DGEBA-DETA/TA6V et l'interaction étudiée est celle se produisant entre la Diéthylènetriamine (DETA) et l'alliage de TA6V. L'interaction entre l'amine et le TA6V a été mise en évidence par des mesures de microcalorimétrie de mélange. Cette technique permet de mesurer *in situ* la différence de flux de chaleur entre une cellule de référence et une cellule de mesure au fil du temps, lorsque deux substances initialement séparées par une membrane en téflon entrent en contact. Cela permet de déterminer l'enthalpie d'interaction ou de réaction entre les deux substances, ici spécifiquement entre un monomère et la poudre métallique, l'objectif étant de reproduire étape par étape l'interaction de l'amine avec un substrat de TA6V. Étant donné qu'un alliage de titane est naturellement recouvert d'une couche de passivation (Kumar et al 2010), le projet a choisi d'étudier la réaction de l'amine avec les oxydes potentiellement présents tels que l'anatase, le rutile et l'alumine, et de comparer ces interactions avec celles d'une poudre de microstructure martensitique TA6V. En utilisant ces substrats sous forme de poudre afin de maximiser l'énergie d'interaction, cette étude a révélé une différence de réactivité entre les oxydes et le TA6V. Une étude complémentaire par DSC (calorimétrie différentielle à balayage) sur les mêmes substrats a confirmé ces observations. La modification du polymère, signifiée par un décalage du rapport stœchiométrique pour une T_g maximale, est plus prononcée pour une interaction DETA/TA6V que pour une interaction DETA/oxyde. Suite à ces observations, le projet s'est naturellement orienté vers l'étude de l'interaction entre la DETA et une plaque de TA6V avec une microstructure duplex α+β. Ne pouvant être utilisée en microcalorimétrie de mélange, des études DSC ont révélé un impact de la microstructure sur l'interaction amine/métal.
Crédits : ANR-22-CE06-0030

Références

Kumar, et al. 2010. « Thermal Oxidation of Ti6Al4V Alloy: Microstructural and Electrochemical Characterization ». Materials Chemistry and Physics 119(1-2): 337-46.

INFLUENCE DE LA TEXTURATION LASER SUR LA CHIMIE DE SURFACE ET LA MICROSTRUCTURE D'ALLIAGES METALLIQUES : CONSEQUENCES SUR LES PERFORMANCES EN CISAILLEMENT DU COLLAGE STRUCTURAL

S. Blancher[1, 2, 3], M. Pontoreau[2], L. Heraud[3], S. Kirchner[4], L. Ferres[4], N. Saintier[3], C. Aymonier[2]
[1] *ICMCB – Pessac (France)*
[2] *I2M - Talence (France)*
[3] *IRT Saint Exupéry - Talence (France)*

Afin d'améliorer les performances des assemblages métalliques collés, les industries de l'aéronautique, de l'aérospatiale et de la défense s'intéressent à la préparation de surface par traitement LASER nanoseconde. Ce procédé est une alternative "propre" aux procédés de préparation de surface plus conventionnels tel que des bains chimiques. La texturation LASER engendre une modification du matériau d'un point de vue topographique, chimique et microstructural.
Ce procédé consiste à créer une morphologie de surface complexe via de nombreux impacts LASER qui mènent à une ablation locale de la matière (voir Figure 1 et 2). L'objectif de ce procédé est d'entrainer une modification de la rugosité de surface, le décapage des polluants, des gaz adsorbés à la surface et de la couche de passivation. Des études montrent que l'augmentation de la rugosité et le décapage de surface amènent une meilleure mouillabilité, donc une meilleure qualité des interfaces colles-métal et un ancrage mécanique et chimique plus important, améliorant ainsi les performances des assemblages collés.2, 3
Cependant, le traitement LASER induit indubitablement une modification de la chimie et de la microstructure du substrat, et l'effet de ces modifications sur la qualité des assemblages collés a plus rarement été étudié. Par exemple, il est reconnu que chaque impact LASER engendre la formation de nombreuses zones fondues (ZF) et de zones affectées thermiquement (ZAT). A la fin du traitement LASER, les ZF et ZAT ont subi d'importants cycles thermiques.
En effet, après traitement LASER, les ZF et ZAT ont subi d'importants cycles thermiques. La composition chimique de l'alliage peut être modifiée :
- la matrice peut s'être appauvrie en éléments d'alliages (ceux présentant une basse température de vaporisation ou ceux ayant diffusé dans la ZAT),
- les précipités présents dans l'alliage peuvent s'être dissous, entrainant de fortes modifications de composition,
- le bain peut avoir été pollué par l'environnement, apparition d'oxydes, carbures...
De plus les cycles thermiques et les vitesses de refroidissement rapides en surface entrainent des évolutions microstructurales. Ces changements affectent les propriétés des interfaces mais aussi les propriétés mécaniques du substrat, pouvant générer des modes de rupture indésirables (rupture dans le substrat métallique).
L'étude présentée porte sur le traitement de surface par LASER nanoseconde sur des alliages de titane et d'aluminium. Les paramètres procédés optimaux au regard des performances mécaniques des assemblages collés ont été déterminés. L'objectif est d'établir le lien entre les paramètres du procédé (optimaux ou non), les modifications induites (topographiques, chimiques et métallographiques) et les performances des assemblages collés.

Références

[1] B. Rameau et al., Nouveaux procédés de préparation de surface par laser, 2016
[2] J. Bouchet et al., The formation of epoxy/metal interphases: Mechanisms and their role in practical adhesion, 2002
[3] Z. Liu et al., Metal surface wettability modification by nanosecond laser surface texturing: A review, 2021

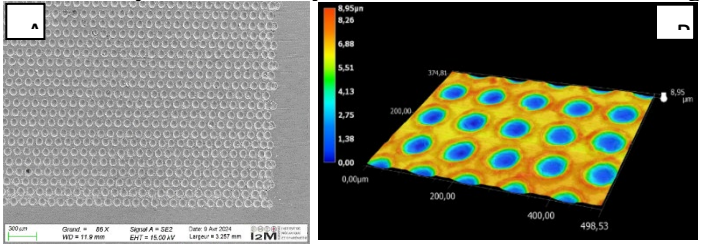


Figure 1 - Analyse de l'effet d'impacts LASER nanosecondes sur Al2024 A) par MEB et B) par microscopie numérique

CARACTÉRISTIQUES DE MOUILLAGE DU PAPILLON MORPHO PELEIDES ET COMPORTEMENT ANTI-GIVRE

L. Burdin[1], A.C. Brulez[2], R. Mazurcyk[3], J.L. Leclercq[3], S. Benayoun[1]
[1] *LTDS - Ecully (France)*
[2] *ITECH - Ecully (France)*
[3] *INL - Ecully (France)*

La nature est une source d'inspiration inépuisable pour concevoir de nouveaux matériaux fonctionnels tout en respectant l'environnement. Parmi ces fonctionnalités, la superhydrophobie est très recherchée car elle peut être utilisée dans de nombreux domaines. Dans le cas du papillon *Morpho peleides*, c'est principalement sa couleur (**Figure 1. a**) due à sa double échelle de rugosité qui intéresse les chercheurs[1]. Cependant, les ailes du *M. peleides* sont également superhydrophobes, mais cette fonctionnalité n'est que très peu étudiée dans la littérature. Ainsi, une étude détaillée des propriétés de mouillage du *M. peleides* est proposée. En utilisant un goniomètre, un angle de contact de 136° est mesuré. Les résultats obtenus indiquent également une anisotropie de mouillage, avec un angle de glissement de 7° lorsque l'aile est inclinée vers l'extérieur (direction RO, **Figure 1. b**) et de 29° lorsque l'aile est inclinée en direction du corps du papillon. Le modèle d'Extrand[2], associé à une approche hiérarchique, a été utilisée pour comprendre l'influence de la double échelle de rugosité des ailes sur le comportement de mouillage. Il a été montré que la nature chimique des ailes et l'échelle nanométrique n'ont que très peu d'influence sur les résultats de mouillage et que c'est l'échelle micrométrique qui contrôle majoritairement les propriétés de mouillage. Enfin, étant donné que plusieurs études ont montré que les surfaces superhydrophobes pouvaient être efficaces pour retarder le gel[3,4], le temps de retard au gel des ailes du *M. peleides* est mesuré. Afin de seulement prendre en compte l'influence de la rugosité, une réplique de polydimethylsiloxane (PDMS) du *M. peleides* est obtenue. Comparé à un PDMS lisse et un PDMS avec une seule échelle de rugosité, la réplique du *M. peleides* possède un temps de retard au gel plus important. Ce résultat montre que les ailes de *M. peleides* peuvent être une bonne source d'inspiration pour concevoir des surfaces ayant des propriétés anti-givre.

Références

(1) Ding, Y.; Xu, S.; Wang, Z. L. Structural Colors from Morpho Peleides Butterfly Wing Scales. J. Appl. Phys. 2009, 106 (7), 074702. https://doi.org/10.1063/1.3239513.
(2) Extrand, C. W. Criteria for Ultralyophobic Surfaces. Langmuir 2004, 20 (12), 5013–5018. https://doi.org/10.1021/la036481s.
(3) Feng, L.; Yan, Z.; Shi, X.; Sultonzoda, F. Anti-Icing/Frosting and Self-Cleaning Performance of Superhydrophobic Aluminum Alloys. Appl. Phys. A 2018, 124 (2), 142. https://doi.org/10.1007/s00339-017-1509-x.
(4) Jian, Y.; Gao, H.; Yan, Y. Fluorine-Free Superhydrophobic Surface with Micron-Nanosized Two-Tiered Structure for Self-Cleaning, Anti-Frosting, and Anti-Icing Applications. Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp. 2022, 651, 129761. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129761.

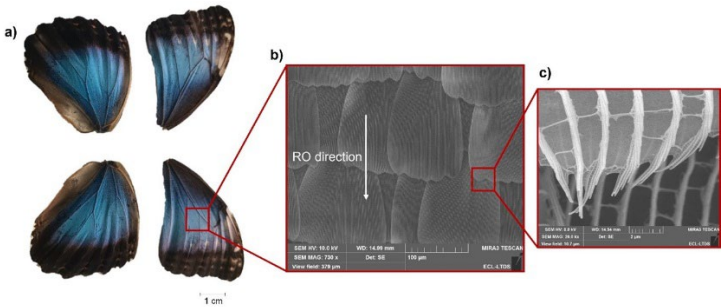


Photo (a) et images MEB des ailes du Morpho (b, c)

FROM BLENDER TO WETTING EXPERIMENTS: INVESTIGATING LIQUID-SURFACE INTERACTIONS ON MICROMETER-SCALE TEXTURES FABRICATED WITH MASKLESS GRAYSCALE PHOTOLITHOGRAPHY

M. Bendimerad[1], F. Borghi[2], M.L. Chapon[1], L. Pieuchot[1], L. Vonna[1]
[1] *Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (CNRS)-Univ. de Haute-Alsace - Mulhouse (France)*
[2] *Instituto de Fisica, Univ. Federal do Rio de Janeiro - Rio De Janeiro (Brésil)*

The ability to create surfaces with precisely controlled topographies is a powerful tool for researchers in various fields, particularly those studying adhesion and wettability phenomena. Surface features, such as morphology and characteristic length scales, can significantly influence how liquids interact with a solid surface and how strongly materials adhere to each other. By precisely tailoring surface textures, researchers can gain valuable insights into the fundamental mechanisms governing these crucial processes. However, traditionally, achieving such controlled surface topography often requires access to expensive and highly specialized techniques, such as lithography commonly used in microelectronics. These techniques, while powerful, can be cost-prohibitive and require significant expertise, limiting their accessibility to a broader range of research groups. Driven by significant advancements, 3D printing technologies have revolutionized the field of surface texturing, transforming it into an affordable and accessible option for research laboratories. This democratization equips researchers across diverse disciplines to explore surface texturing for applications ranging from biomaterials to microfluidics. Notably, this approach allows for the creation of micron-scale textures across surface areas of several centimeters, encompassing the relevant length scales crucial for adhesion and wetting studies.

This work investigates the optimization of maskless grayscale photolithography for surface texturing studies. Digital Mirror Device (DMD) technology is a cornerstone of this approach. DMD chips essentially function as tiny projectors, allowing to directly "draw" the desired surface texture onto the light-sensitive material. This eliminates the need for physical masks, significantly simplifying the workflow and reducing costs. However, using this method supposed to create high-quality grayscale images that accurately represent the intended textures. This drawing step can be time-consuming and requires attention to detail. This is why we proposed an optimized protocol to accelerate and automate this drawing step. A key innovation lies in the grayscale lithography mask generation process, aiming to make it more accessible and efficient. Blender, a free and user-friendly open-source 3D design software, is employed to create grayscale masks directly from 3D structures. This eliminates the need for specialized and potentially expensive software packages typically used in mask generation. The software can color the 3D structure in grayscale based on its height by integrating a calibration curve that takes into account the nonlinear relationship between light and the photoresist. Blender's automated drawing features further enhance this approach. These features allow to modify various parameters of the image with a single click, streamlining the optimization process for achieving desired surface textures.

COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES MASTICS ET ASSEMBLAGES

J. Jumel[1], H. Gzara[1], G. Bles[1], M. Diakhate[2]
[1] *IRDL / ENSTA Bretagne - Brest (France)*
[2] *IRDL / UBO - Brest (France)*

Mastics et adhésifs à fort allongement traditionnellement considérés comme des adhésifs non structuraux voient leurs propriétés mécaniques et exigences vis à vis des performances de ces produits augmenter. Ces produits sont ainsi utilisés dans de nombreuses applications telles que le nautisme, les vitrages ... où ils doivent assurer de façon fiable et durable la transmission des efforts parfois importants.
Les approches classiquement utilisées pour dimensionner les assemblages mettant en œuvre ces adhésifs ne sont pas adaptées. En effet, les adhésifs structuraux sont généralement appliqués en faible épaisseurs qui autorisent différents niveaux de simplification. Les mastics sont souvent appliqués en forte épaisseur et présente un comportement mécanique complexe (fort allongement, comportement fortement non linéaire ...) dont la caractérisation nécessite la réalisation d'essais et lois de comportement spécifiques.
Lors de cette présentation, nous illustrerons cette problématique en discutant en particulier des lacunes des modèles hyperélastiques souvent utilisés pour étudier la réponse mécanique de ces assemblages. Les essais mécaniques réalisés montreront en effet que l'hypothèse d'une réponse incompressible n'est pas conforme aux observations expérimentales. Une loi spécifique est alors proposée permettant de décrire la réponse mécanique de ces matériaux en grandes transformations sous l'effet combinée d'une variation de volume et de déformation de cisaillement.

COMPLÉMENTARITÉ DE LA MICROSCOPIE À FORCE ATOMIQUE ET DE LA NANOINDENTATION POUR L'EXPLORATION DES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES AUX ÉCHELLES FINES DE TEXTILES DE LIN ARCHÉOLOGIQUES

C. Goudenhooft[1,4], S. Durand[2], C. Caër[1], A. Melelli[3], A. Magueresse[4], O. Arnould[5], E. Balnois[6], A. Quiles[7,8], D.U. Shah[9], J. Beaugrand[2], A. Bourmaud[4]
[1] ENSTA Bretagne, UMR CNRS 6027, IRDL, Brest (France)
[2] INRAE, UR1268 BIA (Biopolymères Interactions Assemblages), Nantes (France)
[3] Synchrotron Soleil, Disco Beamline, Gif-Sur-Yvette (France)
[4] Université de Bretagne Sud, UMR CNRS 6027, IRDL, Lorient (France)
[5] LMGC, Université de Montpellier, CNRS, Montpellier (France)
[6] LBCM, EMR CNRS 6076, Université de Brest, Quimper (France)
[7] Institut Français d'Archéologie Orientale du Caire, Le Caire (Égypte)
[8] LMC14, CEA Saclay, Gif Sur Yvette (France)
[9] Centre for Natural Material Innovation, Dpt. of Architecture, Univ. Cambridge (Royaume-Uni)

Le lin (*Linum usitatissimum* L.) est une plante d'intérêt industriel, grâce à ses fibres fines et résistantes pouvant être transformées en textiles ou utilisées comme renforts pour les matériaux composites (Baley & Bourmaud, 2014). L'utilisation des fibres de lin remonte à plusieurs millénaires, comme à l'époque de l'Égypte ancienne, où ces fibres étaient utilisées pour la fabrication de vêtements, de filets de pêche, ou encore de bandelettes de momie (Gleba et al., 2019; Melelli, Shah, et al., 2021). Ainsi, l'étude de tels textiles archéologiques présente un grand intérêt pour promouvoir les développements techniques actuels, en particulier à travers les aspects de durabilité de ces fibres naturelles.

Grâce à l'analyse de fibres de lin provenant de divers objets textiles archéologiques d'Egypte ancienne, cette étude vise à caractériser l'ultrastructure des fibres et leurs propriétés mécaniques à échelles fines. Pour cela, une démarche combinant microscopie électronique à balayage (MEB), microscopie à force atomique (AFM) et nanoindentation (NI) est proposée (Figure 1).

Les résultats mettent en évidence la complémentarité de ces techniques d'analyse pour la science des matériaux et celle du patrimoine, à travers une investigation révélant des modules d'indentation variés (en termes de valeurs moyennes et d'hétérogénéité), ou encore des spécificités ultrastructurales depuis l'échelle « micro » de la fibre élémentaire de lin à l'échelle « nano » des défauts locaux.

Références

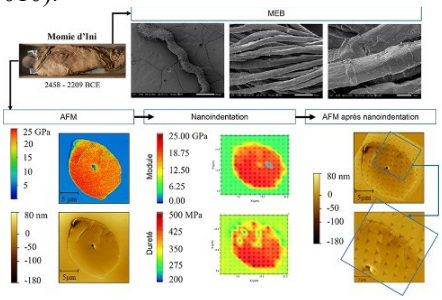
Baley, C., & Bourmaud, A. Average tensile properties of French elementary flax fibers. Materials Letters, 2014, 122, 159–161. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.02.030

Gleba, M., Boudin, M., & Di Pietro, G. A. (2019). Textiles from Zawaydah, Naqada, Upper Egypt. Archaeol. Text. Rev, 61, 14-23

Melelli, A., Shah, D. U., Hapsari, G., Cortopassi, R., Durand, S., Arnould, O., Placet, V., Benazeth, D., Beaugrand, J., Jamme, F., & Bourmaud, A. Lessons on textile history and fibre durability from a 4,000-year-old Egyptian flax yarn. Nature Plants, 2021, 7(9), 1200–1206. https://doi.org/10.1038/s41477-021-00998-8

Remerciements

Les auteurs remercient l'ANR (Agence Nationale de la Recherche) pour le financement de ce travail dans le cadre du projet ANUBIS (ANR-21-CE43-0010).



Présentation de la démarche expérimentale